



Universidad  
Carlos III de Madrid

Departamento de Materiales

PROYECTO FIN DE CARRERA

ESTUDIO DEL  
COMPORTAMIENTO MECÁNICO  
EN FUNCIÓN DE LA  
TEMPERATURA DE LAS  
ALEACIONES  
PULVIMETALURGICAS  
Ti-3-2,5 y Ti-6-7

Autor: Jesús Sánchez Sánchez

Tutores: Elena Gordo Odériz  
José Ygnacio Pastor Caño

Leganés, octubre de 2011









Título: ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO EN FUNCIÓN DE LA TEMPERATURA DE LAS ALEACIONES PULVIMETALÚRGICAS Ti-3-2,5 y Ti-6-7

Autor: Jesús Sánchez Sánchez

Directores: Elena Gordo Odériz, José Ygnacio Pastor Caño

## EL TRIBUNAL

Presidente: \_\_\_\_\_

Vocal: \_\_\_\_\_

Secretario: \_\_\_\_\_

Realizado el acto de defensa y lectura del Proyecto Fin de Carrera el día 25 de octubre de 2011 en Leganés, en la Escuela Politécnica Superior de la Universidad Carlos III de Madrid, acuerda otorgarle la CALIFICACIÓN de

VOCAL

SECRETARIO

PRESIDENTE



# Agradecimientos

Gracias a Elena Gordo Odériz y a José Ygnacio Pastor Caño por su dedicación en este proyecto y haberme brindado la oportunidad de haber trabajado bajo su tutela. Gracias a la gente del Departamento de Materiales de la Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos Canales y Puertos de la UPM por haberme acogido en sus instalaciones como uno más y haberme apoyado en las investigaciones. Leandro, Grazie mille per avermi insegnato a usare il microscopio, per le foto e per tutto il tempo che mi hai dedicato nonostante fossi impegnatissimo con la tua tesi.

A mis padres y hermana por el apoyo que me han dan cada día. Sin vosotros no sabría siquiera articular palabra, mucho menos hacer integrales dobles, gracias por todo el amor que me dais. Gracias a mis chicas: Encarna y Josefa, no sabéis que es un volumen fluido, una ecuación diferencial o las redes de Bravais; ni falta que os hace porque me enseñáis cada día muchas más cosas. Gracias por vuestros rezos, vuestras velitas, los bailes de pasodobles en la cocina, las canciones de Machín y vuestras plegarias. A mis primos y tíos que con sus silencios, sus ánimos y sus consejos han padecido con los suspensos y han disfrutado con los aprobados. A mi familia, los que me aguantáis en los peores y me disfrutáis en mejores momentos: sois mi tesoro.

A los amigos, los de la uni, los del pueblo, los de la parroquia, los del futbol sala, los de la carrera, los del Erasmus, los del barrio y los de toda la vida porque con los partidos, las fiestas, los carnavales, las pascuas, las cervezas, los ratos en la “biblio” y en la cafetería se ha hecho mucho más amena esta etapa de libros, apuntes, prácticas y exámenes.

Para finalizar gracias a la Carlos III porque me ha dado la oportunidad de formarme, conocer a gente interesantísima dentro y fuera de las aulas, tener la oportunidad de formarme en el extranjero, viajar y, a fin de cuentas, conocer mundo y crecer.



# Resumen

Este proyecto se ha desarrollado conjuntamente entre la Universidad Carlos III de Madrid (UC3M) y la Universidad Politécnica de Madrid (UPM). El trabajo experimental se ha realizado en las instalaciones del Departamento de Ciencia de Materiales de la UPM y del Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales de la Escuela Politécnica de la UC3M.

En el presente proyecto de investigación se ha llevado a cabo la caracterización mecánica a diferentes temperaturas de dos aleaciones de titanio fabricadas mediante pulvimetalurgia. Las aleaciones objeto de estudio son: Ti-3-2,5 y Ti-6-7. Ambas aleaciones han sido procesadas mediante la mezcla de una aleación maestra y polvo de titanio elemental, compactación del polvo en prensa uniaxial de matriz flotante, sinterizadas en vacío durante dos horas a 1250 °C y sometidas a un post-procesado mediante compactación isostática en caliente (HIP) a 1000 °C durante dos horas.

Para la caracterización de estos materiales se han realizado estudios mecánicos y análisis de las muestras después de ensayo. Los ensayos mecánicos, que se realizaron en el intervalo de temperaturas de 25 °C a 400 °C, han sido:

- Dureza.
- Módulo de elasticidad y su variación con la temperatura.
- Límite elástico o resistencia a flexión y su variación con la temperatura.
- Tenacidad a fractura y su variación con la temperatura.

La microestructura de un material está estrechamente ligada a sus propiedades físicas, químicas o mecánicas y éstas a su vez con el proceso de fabricación del material. Por este motivo y para tener una visión más amplia de los materiales se ha completado el proyecto con un estudio fractográfico y micrográfico. En el análisis fractográfico se estudiarán los mecanismos que se presentan en el proceso de rotura de las probetas. El estudio micrográfico ayudará a comprender el comportamiento de éstas gracias a la identificación de las posibles fases presentes.

**Palabras clave:** titanio, pulvimetalurgia, Ti-3-2,5, Ti-6-7, comportamiento mecánico, altas temperaturas.



# Abstract

This project has been developed jointly by the Universidad Carlos III de Madrid and Universidad Politécnica de Madrid. The experimental work has been completed at the Department of Materials Science (Escuela Superior de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos) of the UPM and at the Department of Materials Science and Engineering (Polytechnic School) of the UC3M.

In this research project a mechanical characterization of two titanium alloys produced by powder metallurgy was carried out at different temperatures. Alloys under study are: Ti-3-2,5, 5 and Ti-6-7. Both alloys have been processed by mixing a master alloy and a powder of elemental titanium, pressed in an uniaxial floating die press sintered in vacuum for two hours at 1250 °C and subjected to hot isostatic pressing (HIP) at 1000 °C for two hours.

For the characterization of these materials a study based on physical testing, mechanical studies and analysis of samples after testing is developed. The mechanical tests run in the temperature range from 25 to 400 °C, are,

- Hardness.
- Modulus of elasticity and its variation with temperature.
- Yield strength or flexural strength and its variation with temperature.
- Fracture toughness and its variation with temperature.

The microstructure of a material is closely linked to their physical, chemical, mechanical properties and these in turn with the manufacturing process of the material. For this reason and for a wider view of the materials the project was completed with fractographic and micrographic study. The fractographic analysis will study the mechanisms that are in the process of breaking the specimens. Micrographic study helps to understand their behavior by identifying the possible phases present.

**Keywords:** titanium, powder metallurgy, Ti-3-2,5, Ti-6-7, mechanical testing, high temperature





# Índice general

<b>MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS .....</b>	<b>1</b>
1.1 Motivación .....	1
1.2 Objetivos .....	2
<b>INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>3</b>
2.1 Historia .....	3
2.2 Datos generales y propiedades .....	4
2.3 Aleantes y aleaciones de titanio .....	8
2.4 Métodos de obtención del titanio y producción de sus aleaciones.....	12
2.4.1 Obtención del titanio.....	12
2.4.2 Producción de aleaciones de titanio .....	12
2.5 Aplicaciones .....	14
2.6 Revisión de los estudios sobre las aleaciones Ti-3-2,5 y Ti-6-7 .....	15
<b>PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL .....</b>	<b>19</b>
3.1 Fabricación de las probetas a ensayar .....	19
3.2 Ensayos de las probetas .....	22
3.2.1 Ensayo de flexión en tres puntos.....	23
3.2.2 Ensayos de tenacidad a fractura.....	29
3.3 Medida de la dureza .....	34
3.4 Estudio micrográfico .....	36
3.5 Estudio fractográfico .....	38
<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....</b>	<b>41</b>
4.1 Dureza de las aleaciones .....	42
4.2 Evolución del módulo de elasticidad con la temperatura.....	44
4.3 Resistencia mecánica .....	46
4.4 Tenacidad a fractura .....	51
4.5 Análisis micrográfico .....	55
4.6 Análisis fractográfico .....	59
<b>CONCLUSIONES .....</b>	<b>79</b>
<b>PRESUPUESTO .....</b>	<b>81</b>
<b>REFERENCIAS .....</b>	<b>85</b>



# Índice de Figuras

Figura 1: Resistencia específica de varios materiales en función de la temperatura(3).....	4
Figura 2: Reparto de la producción mundial de titanio en el año 2006 (4).....	5
Figura 3: Producción de titanio en China en los últimos años. (4) .....	6
Figura 4: Estructuras cristalinas del titanio(6) .....	7
Figura 5: Diferentes tipos de aleantes, diagramas de fases.(6) .....	9
Figura 6: Diagrama de fases Ti-Al.....	9
Figura 7: Diagrama de fases Ti-Nb. (8) .....	10
Figura 8: Clasificación de aleaciones de titanio. (10) .....	11
Figura 9: Diferentes métodos de fabricación de piezas de titanio en función del tamaño del lote y de la complejidad de la pieza. (3).....	13
Figura 10: Diferentes aplicaciones de las aleaciones de titanio. ....	14
Figura 11: Proceso de fabricación de los polvos de la aleación Ti-6-7 .....	20
Figura 12: Proceso de fabricación de los polvos de la aleación Ti-3-2,5 .....	20
Figura 13: Proceso de fabricación de las probetas a ensayar .....	21
Figura 14: Probeta de tracción de la cual se extrajeron las probetas a ensayar en este proyecto.....	22
Figura 15: Probeta utilizada para los ensayos de este proyecto (arriba) y mitad de probeta de hueso de perro precursora (abajo) .....	22
Figura 16: Calibre digital para dimensionar las probetas.....	23
Figura 17: Máquina de ensayos universal INSTRON 3369.....	24
Figura 18: Horno MTS 653 acoplado a la máquina de ensayos para elevar la temperatura de la muestra. ....	25
Figura 19: Detalle del termopar dentro del horno .....	26
Figura 20: Ventiladores para evitar acumulación de aire caliente .....	26
Figura 21: Autómata de control de temperatura del horno .....	27
Figura 22: Conjunto de centradores, rodillos y probeta colocados en la máquina antes del ensayo.....	27
Figura 23: Probeta montada lista para el ensayo.....	28
Figura 24: Maquina para hacer entallas en las probetas.....	30
Figura 25: Cuchilla de mecanizado de entalla y pasta de diamante.....	30
Figura 26: Máquina de ultrasonidos.....	31
Figura 27: Aspecto de las entallas realizadas a las probetas .....	32
Figura 28: Detalle del radio de entalla .....	32
Figura 29: Proyector digital de perfiles .....	33

Figura 30: Durómetro Vickers .....	35
Figura 31: Área sobre la que se analizó la microestructura .....	36
Figura 32: Pulidora STRUERS .....	37
Figura 33: Microscopio óptico con el que se estudió la micrografía (UC3M) .....	38
Figura 34: Microscopio electrónico de barrido (UPM).....	39
Figura 35: Método de fabricación de las probetas del titanio de referencia (Ti HDH).....	41
Figura 36: Representación de los valores medios de dureza de los tres materiales, y su error cuadrático medio, para carga de 9,8 N y 98 N. ....	43
Figura 37: Módulo de elasticidad medio en función de la temperatura y su error cuadrático medio. ....	45
Figura 38: Resistencia a flexión del titanio HDH (referencia). ....	48
Figura 39: Resistencia a flexión de la aleación Ti-3Al-2,5V.....	48
Figura 40: Resistencia a flexión de la aleación Ti-6Al-7Nb.....	49
Figura 41: Evolución del $\sigma_y$ medio y su error cuadrático medio en función de la temperatura.....	51
Figura 42: Curva F-LVDT de los ensayos de tenacidad a fractura para distintas temperaturas de Ti HDH. ....	52
Figura 43: Curva F-LVDT de los ensayos de tenacidad a fractura para distintas temperaturas de Ti-3-2,5. ....	52
Figura 44: Curva F-LVDT de los ensayos de tenacidad a fractura para la aleación Ti-6-7 a diferentes temperaturas. ....	53
Figura 45: Evolución de la tenacidad a fractura con la temperatura para las diferentes aleaciones. ....	54
Figura 46: Microestructura del material Ti HDH sinterizado. Microscopía óptica, Ataque Kroll. ....	55
Figura 47: Detalle de la microestructura del material Ti HDH sinterizado. Microscopía óptica, Ataque Kroll.....	56
Figura 48: Micrografía de la aleación Ti-3-2,5 sinterizada y tratada por HIP. Microscopía óptica, Ataque Kroll. ....	57
Figura 49: Detalle de la microestructura de la aleación Ti-3-2,5 sinterizada y tratada por HIP. Microscopía óptica, Ataque Kroll.....	57
Figura 50: Microestructura de la aleación Ti-6-7 sinterizada y tratada por HIP. Microscopía óptica, Ataque Kroll. ....	58
Figura 51: Detalle de la microestructura de la aleación Ti-6-7 sinterizada y tratada por HIP. Microscopía óptica, Ataque Kroll.....	59
Figura 52: Vista general de la sección de corte de probeta de Ti HDH ensayada a 25 °C. Microscopía electrónica. ....	61
Figura 53: Fractografía del Ti HDH ensayado a 25 °C. Microscopía electrónica. ....	61
Figura 54: Fractografía de Ti HDH a 500 aumentos ensayada a 25 °C. Microscopía electrónica. ....	62
Figura 55: Fractografía del Ti HDH ensayado a 200 °C. Microscopía electrónica. ....	63
Figura 56: Fractografía del Ti HDH ensayado a 200 °C. Microscopía electrónica. ....	63
Figura 57: Fractografía de Ti HDH ensayado a 400 °C a 1000 aumentos. Microscopía electrónica. ....	64
Figura 59: Fractografía de Ti HDH ensayado a 400°C a 300 aumentos. Microscopía electrónica. ....	65
Figura 58: Superficie de fractura del Ti HDH ensayado a 400°C a 800 aumentos. Microscopía electrónica. ....	65

Figura 60: Superficie de fractura de Ti-3-2,5 ensayado a 25 °C. Microscopía electrónica.	66
Figura 61: Fractografía de Ti-3-2,5 ensayado a 25 °C a 500 aumentos. Microscopía electrónica.	67
Figura 62: Fractografía de Ti-3-2,5 ensayado a 25 °C a 150 aumentos. Microscopía electrónica.	67
Figura 63: Vista general de la superficie de fractura de Ti-3-2,5 ensayado a 200 °C. Microscopía electrónica.	68
Figura 64: Detalle de la superficie de fractura de Ti-3-2,5 ensayado a 200 °C. Microscopía electrónica.	69
Figura 65: Fractografía de Ti-3-2,5 ensayado a 200 °C. Microscopía electrónica.	69
Figura 66: Vista general de la superficie de fractura de Ti-3-2,5 ensayado a 400 °C. Microscopía electrónica.	70
Figura 67: Superficie de rotura de Ti-3-2,5 ensayado a 400 °C. Microscopía electrónica.	71
Figura 68: Detalle de la fractografía de Ti-3-2,5 ensayado a 400 °C.	71
Figura 69: Vista general de la superficie de rotura de la aleación Ti-6-7 ensayada a 25 °C.	72
Figura 70: Detalle de la fractografía de Ti-6-7 ensayada a 25 °C.	73
Figura 71: Detalle de fractografía de Ti-6-7 ensayada a 25 °C.	73
Figura 72: Vista general de fractografía de ti HDH ensayado a 200 °C.	74
Figura 73: Detalle de fractografía de Ti-6-7 ensayado a 200 °C.	75
Figura 74: Detalle de superficie de fractura de Ti-6-7 ensayado a 200 °C.	75
Figura 75: Vista general de la superficie de fractura de Ti-6-7 ensayado a 400 °C.	76
Figura 76: Detalle de la fractografía de Ti-6-7 ensayado a 400 °C.	77
Figura 77: Superficie de fractura de Ti-6-7 ensayado a 400 °C a 500 aumentos.	77
Figura 78: Diagrama de Gantt del desarrollo del proyecto.	82

# Índice de tablas

Tabla 1: Propiedades del titanio elemental de grado 4.....	7
Tabla 2: Propiedades de las aleaciones Ti-3-2,5 y Ti-6-7. (6) .....	8
Tabla 3: Temperatura de transición para las aleaciones Ti-3-2,5 y Ti-6-7 .....	11
Tabla 4: Composición de las aleaciones Ti-3-2,5 y Ti-6-7 .....	13
Tabla 5: Composición química y propiedades físicas de los polvos utilizados para hacer las aleaciones (datos del fabricante).....	21
Tabla 6: Composición del material de referencia (Ti HDH).....	42
Tabla 7: Valores de dureza Vickers .....	42
Tabla 8: Valores medios de E a 25 °C y Valores de E/E <sub>0</sub> a diferentes temperaturas con su error cuadrático medio. ....	44
Tabla 9: Carga máxima media en flexión en función de la temperatura.....	47
Tabla 10: Límite elástico al 0,2% .....	47
Tabla 11: Valores de tenacidad de fractura a diferentes temperaturas para las aleaciones .....	54
Tabla 12: Desglose del presupuesto del proyecto. ....	82

# Capítulo 1

## Motivación y objetivos

### 1.1 Motivación

El titanio es uno de los metales que mejores propiedades ofrecen para aplicaciones industriales, sin embargo su uso en la industria no está tan extendido como cabría esperarse.

La escasez de aplicaciones reales del titanio se debe, fundamentalmente, al alto coste que tiene a día de hoy obtener el titanio de la naturaleza, así como el mecanizado del mismo y sus aleaciones. En la actualidad hay muchos proyectos desarrollando técnicas que reduzcan el coste de esos dos procesos, la obtención de titanio y la fabricación de productos terminados.

Una de las técnicas alternativas que se están empleando con el fin de reducir el coste de obtención y mecanizado es la pulvimetalurgia. Con esta técnica se evitan algunos pasos en la obtención del titanio con respecto a técnicas convencionales, con el consecuente ahorro de energía. Además, con este método es posible obtener piezas con formas muy cercanas a la final, lo que hace que aproveche más el material de partida y que minimice el trabajo de mecanizado.

Hogaño, el titanio tiene su mayor consumo en la industria aeronáutica pero esta industria demanda piezas con una fiabilidad muy alta en fatiga; la pulvimetalurgia no es una técnica que se haya utilizado mucho porque en este sector hay dudas sobre en qué medida la cantidad de porosidad residual disminuye la vida en servicio de las piezas.

Sin embargo, además de la aeronáutica, otros sectores industriales utilizan Ti como materia prima (industria biomédica) o podrían utilizarlo dada su buena combinación de propiedades (industria automovilística), y la pulvimetalurgia podría ser adecuada para la fabricación de piezas en estos sectores. Sin embargo, existen todavía pocos estudios sobre el procesado pulvimetalúrgico del Ti, y en particular sobre las propiedades de los componentes fabricados por estas técnicas.

En este proyecto se van a estudiar diferentes propiedades de las aleaciones de titanio Ti-3Al-2,5V y Ti-6Al-7Nb, en un rango de temperaturas de entre 25 °C y 400 °C, para comprobar si con la pulvimetalurgia se pueden obtener productos, no solo más baratos, sino también con unas propiedades similares a las alcanzadas con las técnicas habituales. Además, se trata de caracterizar ciertas propiedades de ambas aleaciones y su evolución a diferentes temperaturas por si estos cambios en las propiedades fuesen interesantes en posibles aplicaciones futuras.

## 1.2 Objetivos

El objetivo principal del proyecto es conocer el comportamiento mecánico en función de la temperatura de dos aleaciones de titanio fabricadas por pulvimetalurgia. Para ello se han establecido los siguientes objetivos parciales:

- Estudio del comportamiento mecánico, mediante la realización de ensayos a distintas temperaturas.
- Determinación de los mecanismos de fractura de las aleaciones, mediante un estudio fractográfico.
- Correlación entre las propiedades y la microestructura. Para ello se realiza un estudio microestructural.



# Capítulo 2

## Introducción

### 2.1. Historia

El titanio fue descubierto en el año 1791 por William Gregor, un mineralogista y químico británico que indicó la existencia de un nuevo material presente en un óxido que provenía de unas arenas magnéticas negras en el lecho fluvial del río Helford (Gran Bretaña). En 1793 el químico alemán M.H Klaproth consigue aislar ese mismo óxido a partir de un mineral encontrado en Hungría (rutilo). Sin ser capaces de reducir el óxido, el nuevo elemento recibe el nombre de Titanio. El nombre se inspiró en la mitología griega, donde los Titanes “la encarnación del poder de la naturaleza” estaban condenados a vivir en cautividad debajo de la corteza terrestre y el titanio, hasta aquel entonces, condenado a vivir en forma de óxido. En 1797, Klaproth y Gregor descubrieron que sus óxidos tenían la misma composición (1).

No fue hasta principios de siglo XX cuando Matthew Albert Hunter consiguió obtener el titanio en forma elemental en Troy (USA), con la creencia equivocada de que sería un elemento ideal para obtener filamentos de bombilla.

En 1940 Wilhelm Justin Kroll patenta un método de producción industrial de titanio y se empiezan a producir cantidades pequeñas de este material. Este método, que lleva el nombre del inventor “Proceso Kroll”, está vigente en la actualidad y es un método con una importancia significativa en la industria del titanio.

Desde mediados del siglo XX, tras la segunda guerra mundial, el titanio se considera un material estratégico por su importancia en la fabricación de turbinas y otros componentes en la industria aeronáutica.(2)

## 2.2. Datos generales y propiedades

En la actualidad, el titanio está relacionado con procesos y estudios de innovación y alta tecnología. Esto es debido a sus propiedades excepcionales, que lo hacen un material ideal para ingeniería ya que es ligero, resistente a la corrosión, con una alta resistencia específica y biocompatible, pero con un coste elevado de obtención, que hace que sea utilizado en aplicaciones donde el precio no es el factor limitante.

El problema del titanio no es su escasez en la tierra, es el noveno material presente en la corteza (0,6%) y ocupa el cuarto lugar en la lista de metales más abundantes, por detrás del aluminio (8,1%), el hierro (5,1%) y el magnesio (2,1%), sino que nunca se encuentra en estado elemental en la naturaleza, sino en forma de óxidos muy estables, y además en forma reducida es muy reactivo.

Es más, el titanio tiene la mayor resistencia específica de toda la familia de los metales hasta temperaturas cercanas a los 500 °C; para temperaturas superiores los aceros y las superaleaciones exhiben un mejor comportamiento.

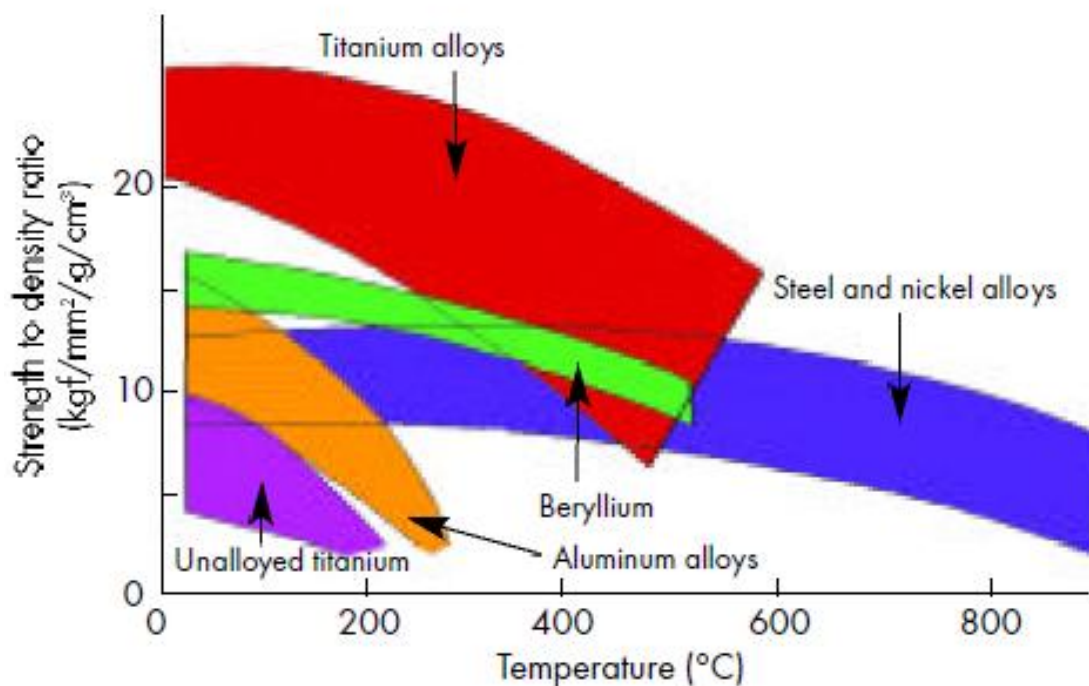


Figura 1: Resistencia específica de varios materiales en función de la temperatura(3)

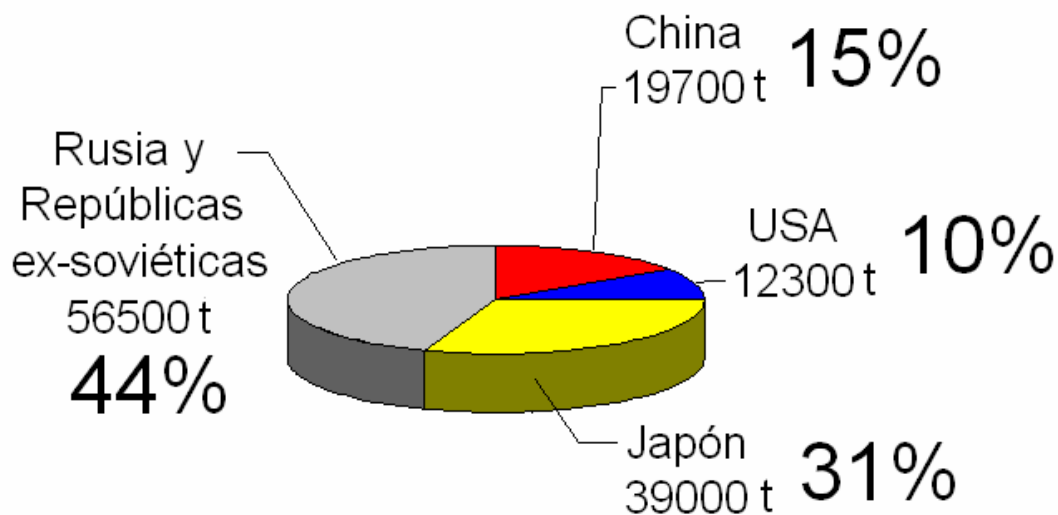
Su resistencia a corrosión es especialmente buena en ambientes marinos: en muchos casos el titanio es más resistente a la corrosión que los aceros inoxidable y que las aleaciones de cobre.

La densidad del titanio es  $4,5 \text{ g/cm}^3$ , que lo hace que sea un 40% más ligero que el acero y pesa aproximadamente la mitad que el cobre y el níquel. Solamente el aluminio, el magnesio y el berilio son metales con menor densidad que el titanio y todos ellos tienen unas propiedades inferiores a éste.

Otras propiedades que podrían ser útiles en la industria son su baja conductividad térmica y eléctrica, buena ductilidad, excelente resistencia a fractura, baja toxicidad, carencia de propiedades magnéticas y afinidad electrónica (para almacenamiento de hidrógeno).

Para muchas aplicaciones el titanio es el metal que mejores propiedades mecánicas es capaz de conseguir, pero su utilización no está acorde con sus propiedades por el problema que su obtención supone. El titanio presenta dificultades, tanto para extraerlo de la mena, como en el procesado y en fabricación y mecanizado. Solamente contando el coste de extracción y procesado, producir un kilo de titanio es treinta veces más caro que producirlo de acero y seis veces más caro que de aluminio. Otro inconveniente es que su alta resistencia a corrosión hace que el mecanizado de piezas de titanio sea difícil por el desgaste que el metal produce en los útiles y caro debido a que hay que reponer los útiles frecuentemente (3).

La producción mundial de titanio en el año 2006 fue de 127.500 toneladas y casi la totalidad de la producción mundial de titanio se repartió entre cuatro países: Japón, USA, China y Rusia y las antiguas repúblicas soviéticas.(4)



**Figura 2: Reparto de la producción mundial de titanio en el año 2006(4)**

En la Figura 3 se muestra la evolución de la producción de titanio en China en los últimos 40 años. La tendencia de China indica el presumible crecimiento que la industria del titanio va a tener en los próximos años. Las predicciones indican que China pasará de

una cuota de producción mundial del 15% en 2006 a una cuota del 25% en la presente década (4)(5)

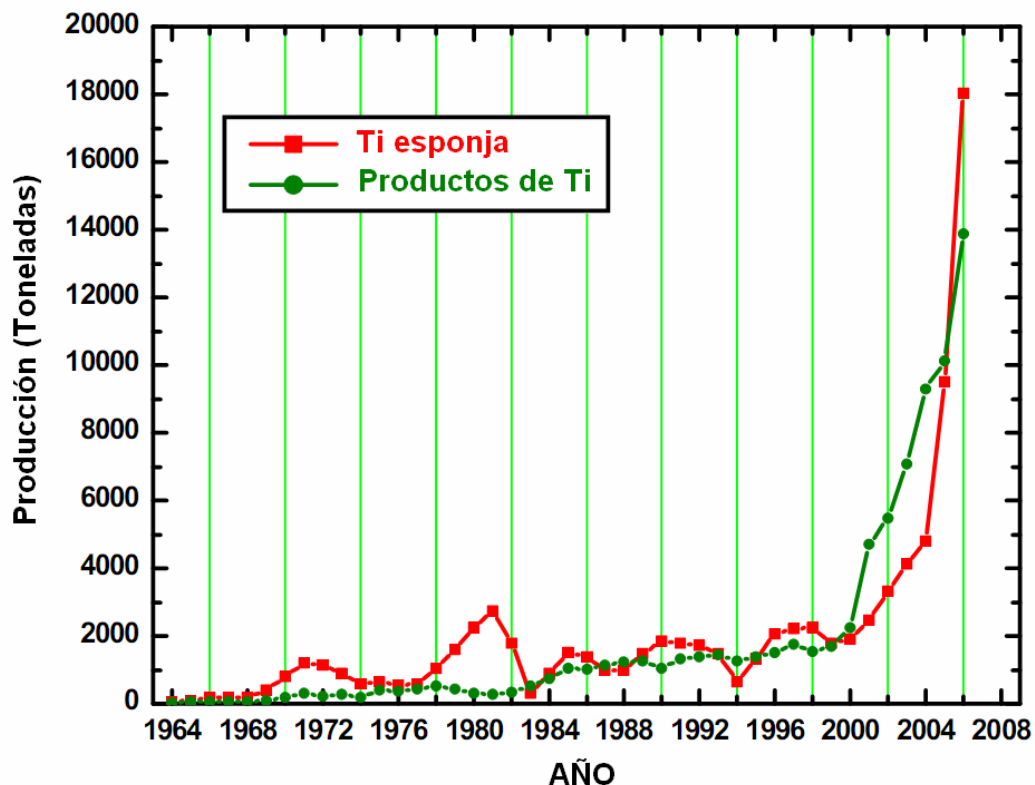


Figura 3: Producción de titanio en China en los últimos años.(4)

Las industrias aeroespacial y aeronáutica son las grandes consumidoras de este elemento con más de la mitad de cuota de mercado. La peculiaridad de ambas industrias, que dependen mucho de los ciclos económicos mundiales, hace que el precio del elemento se vea a su vez afectado por estas fluctuaciones. Estas fluctuaciones, sumadas a su alto coste de obtención, hacen que sea difícil que éste entre en industrias como la automovilística que requieren precios más estables.

Las excelentes propiedades del titanio hacen que esté presente en otros sectores donde se trata de conseguir las mayores prestaciones y donde el precio es un factor secundario como en material deportivo y en vehículos de competición.

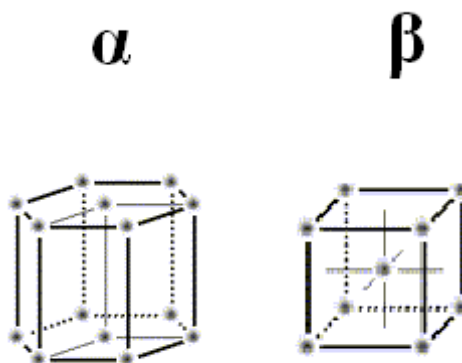
El alto precio del titanio y el estar la mitad de su producción subyugada a las industrias aeronáutica y aeroespacial, hace que su producción sea baja. A su vez, si su producción es baja, el coste de obtención y de explotación es alto, entonces ¿Cómo superar estas dos dificultades? Con las nuevas técnicas de obtención de titanio se podría conseguir un ahorro de entre el 30% y el 50% del precio del producto final, eso captaría el interés de las industrias con alta producción que podrían permitirse utilizar titanio. Esta entrada en el mercado de las grandes industrias traería también una optimización de los métodos de producción de titanio y no sólo abarataría el precio sino que también lo estabilizaría. El reto del titanio, por tanto, está en mejorar las técnicas de obtención para su entrada en las industrias consolidadas de grandes producciones(3).

En la Tabla 1 se recogen las principales características del titanio. Los datos se han recogido para el titanio comercialmente puro de grado 4, que ha sido la base de las aleaciones a estudio de este trabajo. Algunas propiedades cambian sensiblemente para diferentes grados de pureza.

**Tabla 1: Propiedades del titanio elemental de grado 4**

<b>Número atómico</b>	22
<b>Peso atómico</b>	47,9
<b>Color</b>	Gris oscuro
<b>Volumen atómico</b>	10,64 cm <sup>3</sup> /mol
<b>Densidad</b>	4,51 g/cm <sup>3</sup>
<b>Temperatura de fusión</b>	1660 °C
<b>Calor específico (a 25 °C)</b>	540 J/Kg·°C
<b>Conductividad térmica</b>	17,3 W/m·°C
<b>Módulo de elasticidad (tracción)</b>	105 GPa
<b>Dureza</b>	100 HRB
<b>Límite elástico (a 25 °C)</b>	483 MPa

El titanio elemental presenta dos posibles estructuras cristalinas: hexagonal compacta (HCP) y cúbica centrada en el cuerpo (BCC). La estructura HCP se denomina alfa ( $\alpha$ ) y la estructura BCC se denomina beta ( $\beta$ ). A temperatura ambiente, el titanio adopta la forma  $\alpha$  y a 882 °C se transforma en estructura  $\beta$ .



**Figura 4: Estructuras cristalinas del titanio(6)**

Al introducir aleantes, las propiedades sufren un cambio respecto a las propiedades del material puro. Para el caso de las aleaciones a estudio Ti-3-2,5 y Ti-6-7 en la Tabla 2 se muestran las propiedades más interesantes(6)(7).

**Tabla 2: Propiedades de las aleaciones Ti-3-2,5 y Ti-6-7. (6)**

<b>Aleación</b>	<b>Ti-3-2,5</b>	<b>Ti-6-7</b>
<b>Densidad</b>	4,48 g/cm <sup>3</sup>	4,52g/cm <sup>3</sup>
<b>Temperatura de fusión</b>	1700 °C	N/A
<b>Calor específico (a 25 °C)</b>	544 J/Kg.°C	-
<b>Conductividad térmica</b>	8,3 W/m.°C	-
<b>Módulo de elasticidad (tracción)</b>	107 GPa	105 GPa
<b>Dureza</b>	25 HRB	-
<b>Límite elástico (a 25 °C)</b>	483 MPa	800 MPa

La aleación Ti-3-2,5 está ampliamente caracterizada puesto que es *sucesora* de la aleación más importante y con más aplicaciones del titanio la Ti-6Al-4V. Sin embargo la aleación Ti-6-7 se utiliza menos y por eso hay ciertos parámetros que todavía no están caracterizados y normalizados.

## 2.3. Aleantes y aleaciones de titanio

Debido a que el titanio pertenece a la primera serie larga de la tabla periódica, hay muchos elementos con radios atómicos similares que podrían formar soluciones sólidas con éste. Además también puede formar soluciones sólidas intersticiales con los elementos H, O, N y C, es decir, que estos elementos, al tener radios sensiblemente menores, pueden ocupar huecos entre la red de átomos del titanio. Por lo tanto, el titanio está considerado entre los sólidos como un disolvente universal debido a la facilidad con que forma soluciones sólidas, tanto intersticiales como sustitucionales.

En función de qué fase estabilicen, los aleantes del titanio se pueden clasificar en tres grupos:

1. Elementos alfaógenos
2. Elementos betaógenos
3. Elementos neutros

En general, se puede afirmar que el aleante alfaógeno estabiliza la fase alfa y a medida que haya más cantidad de este aleante, la temperatura de transición de fase –para el titanio elemental era 882 °C– aumentará. El caso contrario sucederá para aleantes betaógenos, la temperatura de cambio de fase disminuirá a medida que haya más presencia del aleante. El aleante neutro no influirá en la temperatura de cambio de fase. Se pueden ver los tres comportamientos en la Figura 5.

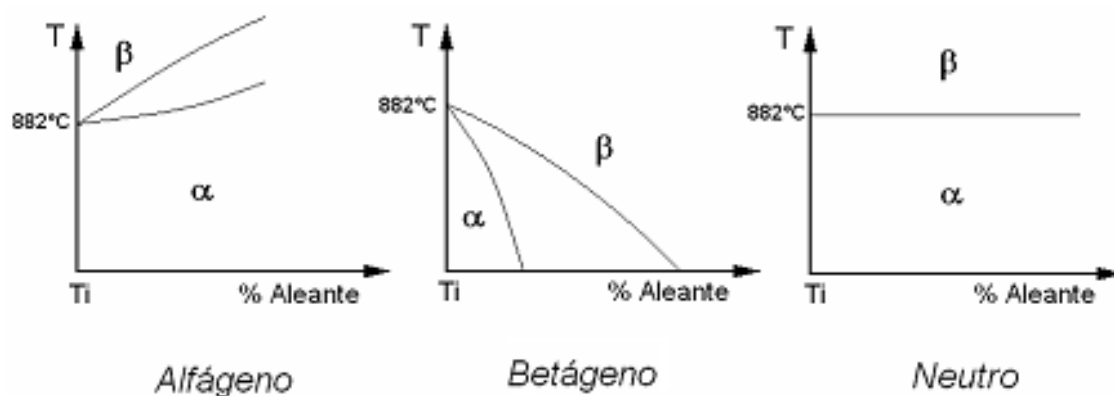


Figura 5: Diferentes tipos de aleantes, diagramas de fases.(6)

El elemento de aleación alfégeno más utilizado es el aluminio, otros alfégenos son el oxígeno, el nitrógeno o el carbono aunque estos dos últimos no se emplean en la industria. En la Figura 6 podemos observar el diagrama de fases Ti-Al y cómo la línea de transición entre la fase  $\alpha$  y la fase  $\beta$  tiene pendiente positiva, es decir, que a medida que hay más porcentaje de aluminio en la solución, la fase  $\alpha$  es más estable y se necesita más temperatura para alcanzar la fase  $\beta$  (8).

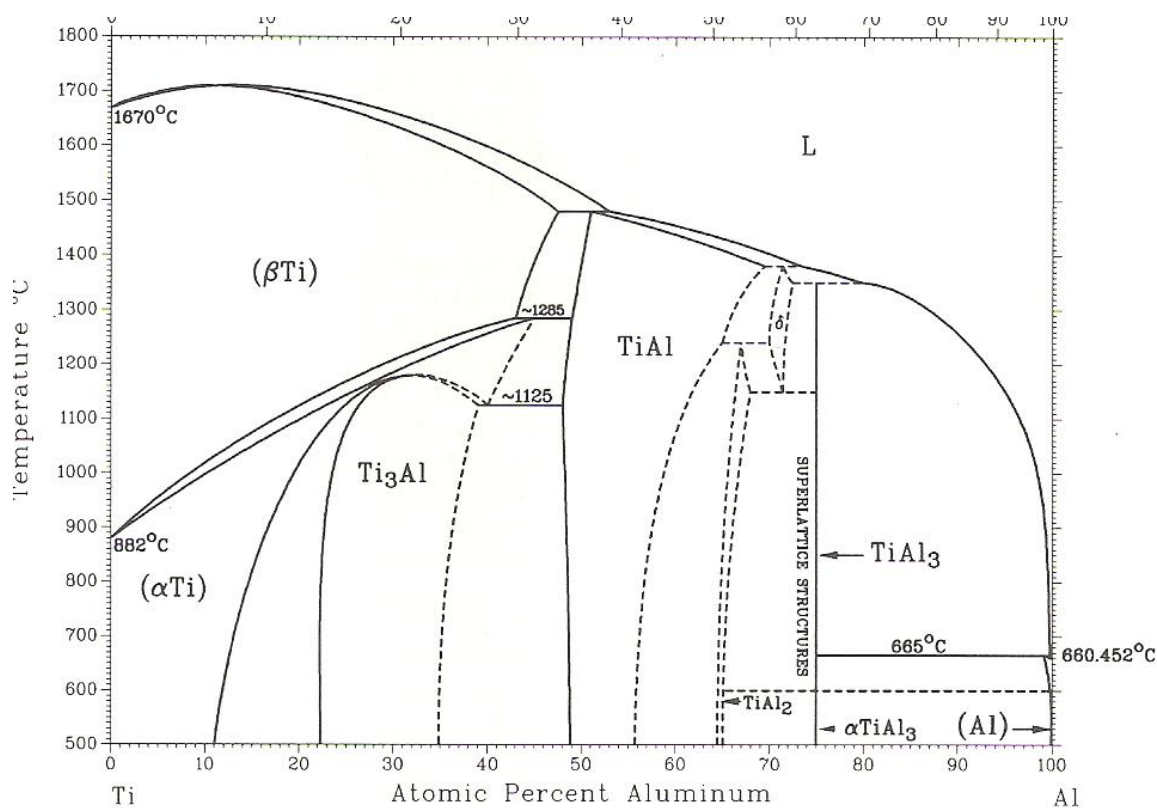
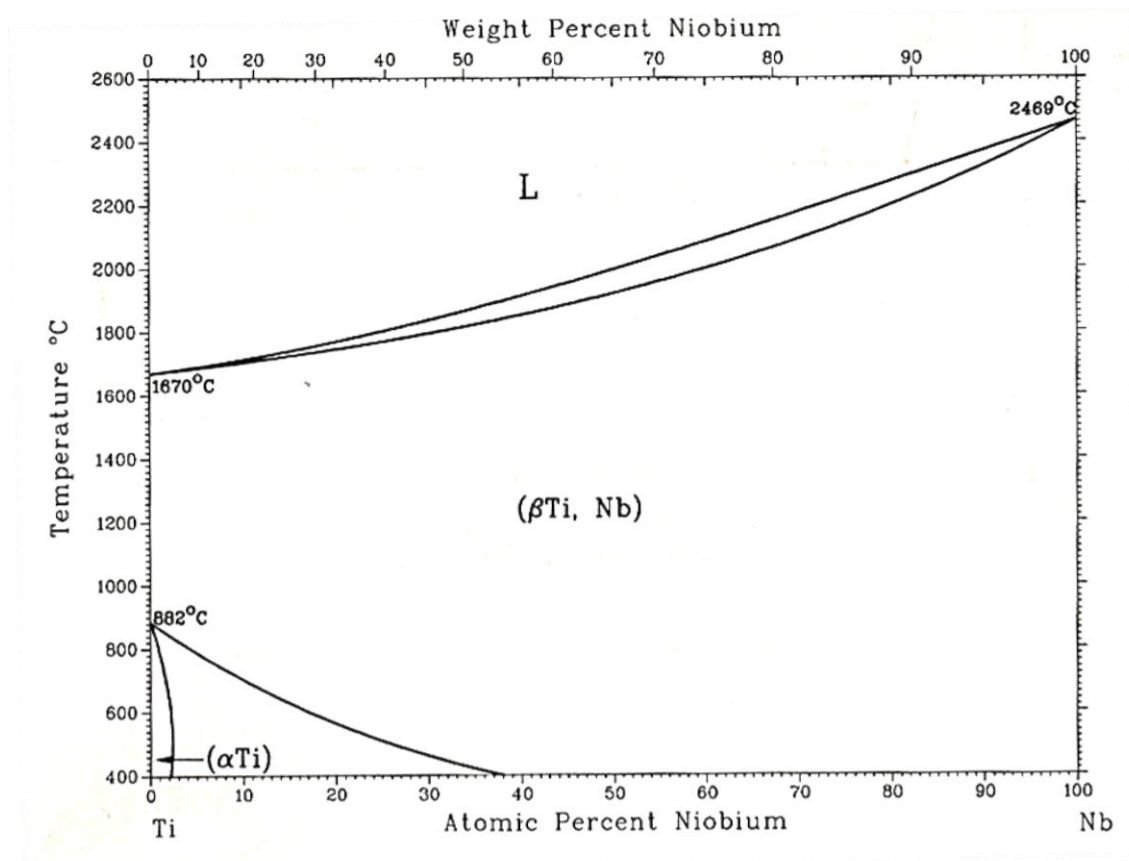


Figura 6: Diagrama de fases Ti-Al

El estabilizador betágeno más empleado es el vanadio. Otros elementos betágenos son el molibdeno, niobio, níquel, hierro... (9). En la Figura 7 se puede ver el diagrama de fase Ti-Nb. Como se aprecia en la figura, a medida que hay más cantidad de niobio presente en la aleación, la temperatura de transición entre la fase alfa y la fase beta disminuye hasta que con un porcentaje cercano al 40% de niobio la fase beta es estable a 400 °C. (8)



**Figura 7: Diagrama de fases Ti-Nb. (8)**

Las aleaciones a estudio en este proyecto son: Ti-3-2,5 y Ti-6-7. Los números de las aleaciones corresponden al porcentaje de los aleantes; así la aleación Ti-3-2,5 tiene una base de titanio con un 3% en peso de aluminio y un 2.5% en peso de vanadio y la Ti-6-7 tiene 6% de aluminio y 7% de niobio. Como hemos visto antes, el aluminio es un estabilizador alfégeno y el niobio y el vanadio son betágenos. Para hacer un estudio aproximado de las aleaciones se puede utilizar la fórmula de Rosenberg, donde se obtiene la cantidad de aluminio equivalente, o la fórmula de Molchova, donde se obtiene la cantidad de molibdeno equivalente:(10)

$$[Al]_{eq.} = [Al] + 0.17[Zr] + 0.33[Sn] + 10[O]$$

$$[Mo]_{eq.} = [Mo] + 0.2[Ta] + 0.28[Nb] + 0.4[W] + 0.67[V] + 1.25[Ni] + 1.7[Mn] + 1.7[Co] + 2.5[Fe]$$

Estas fórmulas son útiles para analizar la composición global de la aleación pero no son muy precisas si se quiere hacer un estudio cuantitativo.



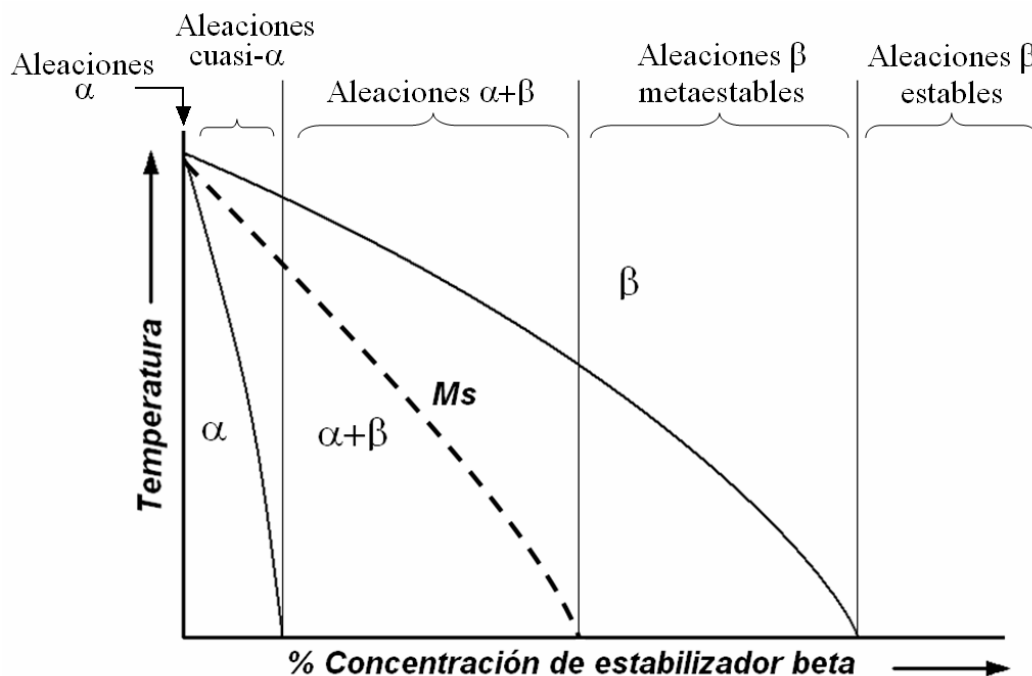
Para las dos aleaciones a estudio, las diferentes temperaturas de transición  $\alpha$ - $\beta$  se presentan en la Tabla 3:

**Tabla 3: Temperatura de transición para las aleaciones Ti-3-2,5 y Ti-6-7**

Aleación	Temperatura de transición $\alpha$ - $\beta$
<b>Ti-3-2,5</b>	935 °C
<b>Ti-6-7</b>	1010 °C

En lo descrito hasta ahora parece que la fase  $\beta$  solamente se puede conseguir a temperatura ambiente con grandes cantidades de aleantes betágenos, como se aprecia en la zona central de la Figura 5. Como el titanio tiene polimorfismo, con una presencia moderada de elementos betágenos y un tratamiento térmico adecuado, se puede retener de forma metaestable la fase  $\beta$  a partir de un enfriamiento rápido desde la región  $\beta$  del diagrama de fase y así obtener propiedades y microestructuras diferentes para un mismo material.

Las aleaciones, por su parte, se clasifican en cuatro tipos:  $\alpha$ , cuasi- $\alpha$ ,  $\alpha$ + $\beta$  y  $\beta$ . Esta clasificación no atiende a la presencia de las fases en la microestructura, puesto que, como hemos visto, a diferentes tratamientos para un mismo material se podrían tener diferentes fases. Esta clasificación se hace en base al comportamiento que tienen a los tratamientos térmicos.



**Figura 8: Clasificación de aleaciones de titanio. (10)**

Las aleaciones  $\alpha$  y cuasi- $\alpha$  se pueden englobar en el mismo grupo: son aleaciones de titanio elemental con una cantidad pequeña de aleantes betágenos. Como vemos en la Figura 6, Las aleaciones  $\alpha$ + $\beta$  tienen un contenido moderado de estabilizadores betágenos y retienen fase  $\beta$  cuando se enfrían desde la región  $\beta$  hasta la temperatura ambiente.

En este aspecto, la aleación Ti-3-2,5, al tener únicamente un 2,5% de vanadio, aleante betágeno, es una aleación cuasi  $\alpha$  y la aleación Ti-6-7 es una aleación  $\alpha+\beta$  por su contenido mayor en estabilizadores beta.

## **2.4. Métodos de obtención del titanio y producción de sus aleaciones**

### **2.4.1 Obtención del titanio**

El proceso más común de obtención de titanio es el Proceso Kroll, que lleva el nombre del inventor que lo patentó, como se dijo al principio de este capítulo. Pese a ser criticado casi desde su existencia por su baja eficiencia y por su elevado costo, debido a las dificultades técnicas que presenta la reducción del Ti, este método sigue vigente. El titanio obtenido con el Proceso Kroll es poroso y esponjoso, de ahí el nombre que recibe: titanio esponja. La materia prima para este proceso es el titanio en sus diferentes óxidos, principalmente rutilo ( $\text{TiO}_2$ ) o Ilmenita ( $\text{FeTiO}_3$ ). La obtención se realiza en las etapas descritas a continuación:

1. Cloración del óxido para obtener  $\text{TiCl}_4$ .
2. Destilación del  $\text{TiCl}_4$  para purificarlo.
3. Reducción del  $\text{TiCl}_4$  con Mg para obtener Ti metálico.
4. Purificación del Ti metálico (esponja) para eliminar productos secundarios.
5. Troceado de la esponja de Ti para reducir su tamaño.

Si la materia prima es la Ilmenita, se debe hacer un paso previo que consiste en extraer el hierro a partir de electro fusión con carbono y así obtener  $\text{TiO}_2$ .(2)

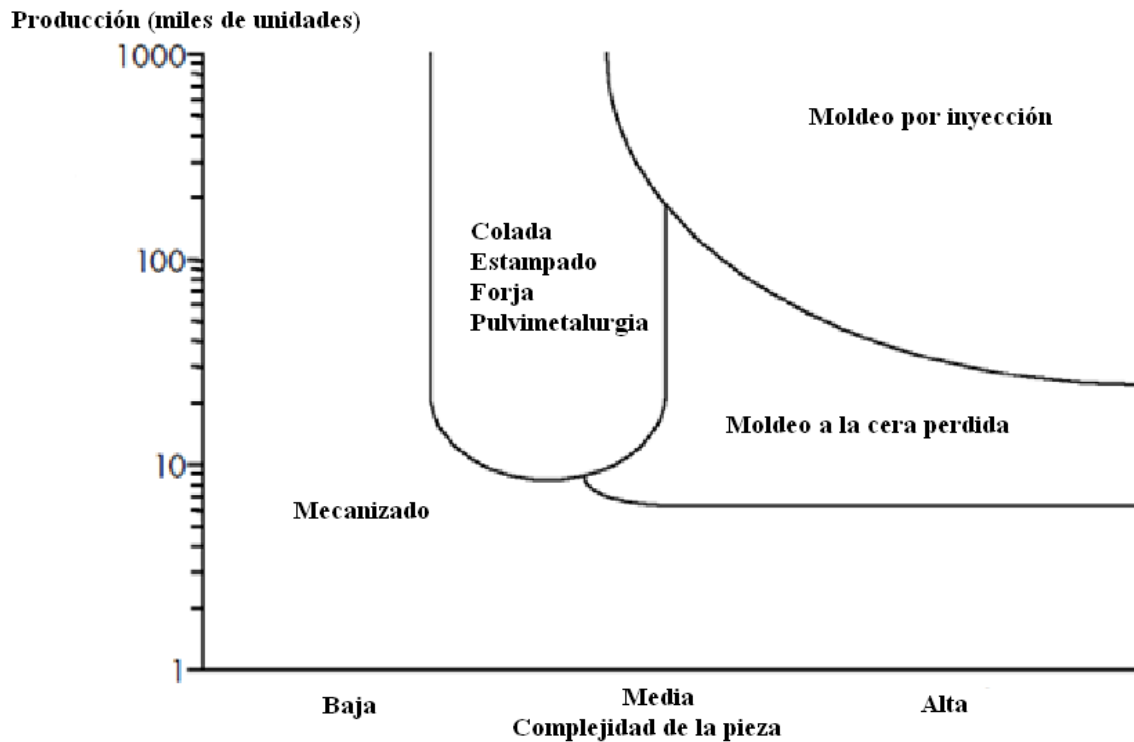
### **2.4.2 Producción de aleaciones de titanio**

Pese a que los materiales a estudio en la metalurgia convencional se suelen mecanizar mediante laminación, forja y un posterior proceso de conformado, para esta investigación los materiales se han producido mediante pulvimetalurgia. En los procesos normales, después de las etapas de laminación y forja se obtienen preformas como tochos, chapas o barras que son los precursores de las piezas finales. La pulvimetalurgia, aunque está siendo cada vez más utilizada, no es la más habitual para producir aleaciones de titanio.

Mediante la forja el coste de mecanizado y el desperdicio de material son bastante más altos y se hacen en más etapas en comparación con las técnicas “near-net-shape” como la colada o la pulvimetalurgia. Sin embargo, a pesar de esas desventajas, debido al alto punto de fusión que tiene el titanio (1668 °C) y a la alta reactividad de este material, la colada del titanio resulta compleja. Además, debido a que la industria aeroespacial ocupa gran parte del mercado del titanio, las piezas fabricadas por pulvimetalurgia debido

a la porosidad residual tienen una limitada resistencia a fatiga, algo vital para las aplicaciones aeronáuticas.

En la Figura 9 se representa el tipo de procesado más adecuado para la fabricación de piezas de titanio en función del número de piezas y de la complejidad de la pieza. La tecnología de polvos es óptima para obtención de piezas con geometrías de complejidad media y lotes de producción grandes.



**Figura 9: Diferentes métodos de fabricación de piezas de titanio en función del tamaño del lote y de la complejidad de la pieza. (3)**

Las aleaciones, por lo general, no tienen una composición exacta sino que hay unos porcentajes máximos y mínimos para sus aleantes. En la Tabla 4 se especifican los rangos permisibles de las aleaciones Ti-3-2,5 y Ti-6-7.

**Tabla 4: Composición de las aleaciones Ti-3-2,5 y Ti-6-7**

	<b>Ti-3-2,5</b>	<b>Ti-6-7</b>
<b>Carbono</b>	0,08%	0,08%
<b>Nitrógeno</b>	0,03%	0,05%
<b>Oxígeno</b>	0,15%	0,20%
<b>Hierro</b>	0,25%	0,25%
<b>Aluminio</b>	2,5-3,5%	5,5-6,5%
<b>Niobio</b>	-	6,5-7%
<b>Vanadio</b>	2,0-3,0%	-
<b>Hidrógeno</b>	0,015%	0,009%

## 2.5. Aplicaciones

Como ya se ha indicado anteriormente, las principales aplicaciones del titanio y sus aleaciones en la actualidad son la industria aeroespacial y la industria aeronáutica. En estos sectores el titanio está presente tanto en partes móviles, turbinas, sistemas de propulsión, rotores, tren de rodaje, como en partes estructurales.

Sin embargo el titanio se encuentra presente en muchos otros sectores de la industria y es utilizado en componentes de automoción, equipamiento deportivo, palos de golf, prótesis e implantes médicos, etc.

Las aplicaciones médicas se presentan como un mercado potencial muy importante para el titanio ya que éste ofrece prestaciones muy importantes, es biocompatible y en este sector el precio del material no es un factor determinante de selección. El titanio se emplea en prótesis de rodillas y caderas, marcapasos, implantes dentales, sillas de ruedas, válvulas cardíacas y en algunos aparatos de equipo farmacéutico.

En otros sectores, el uso del titanio puede no deberse a sus buenas prestaciones sino al prestigio que éste tiene y la asociación que se hace con la innovación y la alta tecnología. Productos de consumo como relojes, máquinas de afeitar, palos de golf, artículos de joyería, plumas, bolígrafos, gafas o raquetas (Figura 10) emplean también el titanio combinando sus prestaciones con el marketing indirecto que éste puede ofrecer.



**Figura 10: Diferentes aplicaciones de las aleaciones de titanio.**

El aspecto más considerado a la hora de utilizar el titanio en un producto es el aumento de prestaciones que se obtienen debido a su alta resistencia específica y su gran resistencia a corrosión.

La elevada resistencia a corrosión hace que sus aplicaciones en el sector marino estén tomando protagonismo y se emplee en tuberías y válvulas submarinas, sistemas de propulsión y refrigeración, estructuras y cascos de barcos, sistemas sumergibles de alta profundidad y en bombas de propulsión. Gracias al titanio el mantenimiento de los

equipos en un ambiente tan agresivo como el marino se reducirá drásticamente. Por otra parte, la vida útil del equipo se verá incrementada y, por tanto, se reduce el impacto del alto coste de la pieza o del sistema.

En otros campos de la industria, aprovechándose de sus múltiples ventajas, se emplea el titanio para fabricar bombas, condensadores, turbinas de vapor, álabes de turbinas y de ventiladores, compresores, herramientas, sistemas de tuberías, intercambiadores de calor, etc. También forma parte de sistemas de control de contaminación y sistemas de desulfuración de gas y forma la matriz de algunos materiales compuestos de matriz metálica.

El gran objetivo de la industria del titanio es introducirse en la industria de la automoción de consumo. La combinación de una menor rigidez que el acero, una densidad inferior a la de sus competidores, generalmente aceros y superaleaciones, y una temperatura de trabajo superior a la del aluminio hacen que el titanio ya se utilice en la producción de algunas piezas. Su aplicación en este sector se centra en válvulas, de admisión y de escape, resortes, retenes, rodillos, sistemas de escape, ejes, muelles de suspensión y paneles de la carrocería. La tendencia de las legislaciones camina hacia automóviles de menores emisiones y podría forzar a las marcas a avanzar en la dirección de aligerar los chasis de los vehículos puesto que se sabe que el consumo está directamente vinculado al peso de un vehículo (11). El titanio, en un futuro próximo, podría ser el material del que estuviesen fabricadas las partes más pesadas del motor.

En este caso particular, la aleación Ti-6Al-7Nb tiene su campo de aplicación mayoritario en la biotecnología y la medicina por tener una mejor biocompatibilidad que otras aleaciones. Los implantes dentales, las prótesis de cadera y de rodilla, los clavos y tornillos, los marcapasos y en general el material quirúrgico se suele producir de este material. Por otro lado, el Ti-3-2,5 tiene su campo de aplicación en la aeronáutica, al ser un material muy similar al Ti-6-4, que es la aleación de titanio usada en la aeronáutica con un mayor volumen, siendo usado en algunas piezas aeronáuticas como sustituto de éste.

## **2.6. Revisión de los estudios sobre las aleaciones Ti-3-2,5 y Ti-6-7**

Pese a haber bastantes líneas de investigación sobre la pulvimetalurgia, sobre diferentes métodos de fabricación de aleaciones y sobre algunas aleaciones de titanio, no hay ninguna publicación donde se haya hecho un estudio global de comportamiento mecánico, microestructura y fractografía de estas aleaciones fabricadas por pulvimetalurgia.

La aleación de titanio sobre la que se han hecho más investigaciones es la Ti-6-4 puesto que es la aleación más utilizada. No obstante, se están empezando a publicar artículos donde se hace un estudio comparativo de otras aleaciones de titanio que podrían ser interesantes en un futuro.

En el artículo de N. Poonda (12), se hace un estudio de la microestructura vista a través de microscopía óptica y un estudio de la dureza. Se obtuvo como resultado que la dureza del Ti-6-4 era mayor que la del titanio comercialmente puro.

Se estudió la microestructura y se relacionó su composición con las propiedades mecánicas en el artículo de R. Filip (13), donde se comparaban, no solamente los dos materiales, sino también se aprovechó para estudiar dos métodos diferentes de tratamientos térmicos. Los ensayos que se realizaron fueron de tensión y se analizó la tenacidad a fractura, la microestructura y la composición química de los materiales Ti-6Al-4v y Ti-6Al-2Mo-2Cr que son aleaciones  $\alpha+\beta$  parecidas a la aleación Ti-3-2,5 estudiada en este proyecto. Los resultados de este artículo reflejaban que la microestructura tiene gran relación con la velocidad de enfriamiento desde la fase beta. Además se descubrió que la tensión aumentaba al disminuir el tamaño de grano..

En otros estudios se ha investigado sobre otras propiedades mecánicas como en el estudio de Wei Qian Song et al (14), donde se analiza la resistencia a compresión en un amplio rango de velocidades de ensayo para la aleación Ti-6-4.

También se han estudiado otros métodos de fabricación para aleaciones de titanio. En el artículo (15) se estudió la idoneidad de la técnica de procesado por laser para aleación Ti-6-4. Pese a haber aleaciones con mejor biocompatibilidad que el Ti-6-4, se hizo este estudio con este material porque también se utiliza en la medicina. En la investigación se analizó la molienda, la resistencia a corrosión y las propiedades mecánicas (resistencia a tensión, límite elástico, módulo de elasticidad y porcentaje de elongación) del Ti-6-4 fabricado mediante técnicas de deposición por láser.

En el artículo de Mitsuo Niinomi (16) (17) se hace un estudio de las propiedades más interesantes que los biomateriales tienen que satisfacer para reemplazar tejidos duros del cuerpo humano. En el documento se midió el módulo de Young, la resistencia a desgaste, el comportamiento a fatiga, y la resistencia de propagación de una grieta en fatiga para algunas aleaciones de titanio que se utilizan en el ámbito de la biotecnología.

Sobre la aleación Ti-6-7, hay un estudio de Chlebus (18) en el que se evalúan las propiedades mecánicas mediante pruebas de tensión, de tracción y de dureza y se comparan éstas entre un material fabricado mediante la técnica de deposición por láser y materiales fabricados por métodos convencionales..

En el artículo de Viritpon Srimaneepong (19), se estudió la resistencia a torsión de los materiales Ti-6-7, titanio comercialmente puro y Co-Cr después de haber sido cortadas por la mitad las piezas y soldadas mediante laser. Se realizó también un estudio post-mortem de las superficies de fractura mediante microscopía electrónica de barrido. Como resultado se obtuvo que la resistencia a torsión de los materiales Ti-6-7 y titanio comercialmente puro soldados eran igual de altas que las resistencias de los mismo materiales sin soldar.

En el ámbito de los procesos pulvimetalúrgicos adaptados a las aleaciones de titanio también existen algunas líneas de investigación como la llevaba a cabo por Takahiro Fujita (20) donde se comparan las propiedades de materiales de titanio obtenidos mediante el método de hidruración-dehidruración con otros obtenidos de titanio esponja.

Sobre el Ti-3Al-2,5V también hay algunos estudios como el dirigido por YaominLin (21), donde se hace un estudio de vida en servicio de tubos de Ti-3-2,5 a los que mediante laser se les practican unas microgrietas.

Al ser la aleación Ti-3-2,5 muy utilizada en aeronáutica, hay varios estudios también sobre sus propiedades cuando este material se suelda. En el artículo de Aniruddha Kumar

(22), se hace una comparativa entre las técnicas convencionales de preparación de tubos de Ti-3-2,5 antes de soldar y una técnica novedosa de limpieza para este material: el láser.

Debido a las diferentes aplicaciones de las aleaciones de titanio se han medido propiedades como la resistencia a desgaste, la biocompatibilidad o las propiedades superficiales comparando diferentes métodos de procesamiento para optimizar los materiales para sus diferentes utilidades (23) (24) (25).



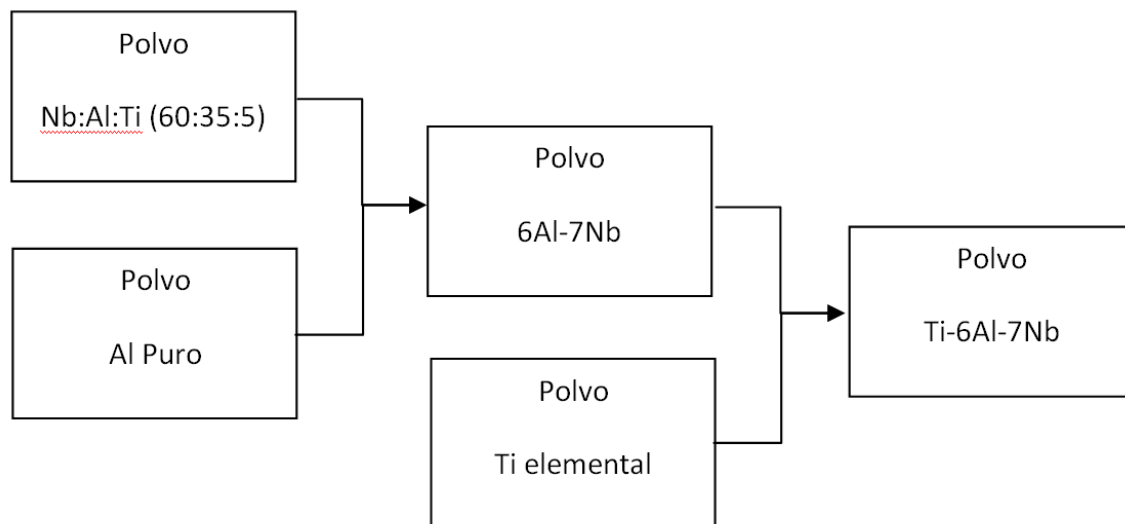


# Capítulo 3

## Procedimiento experimental

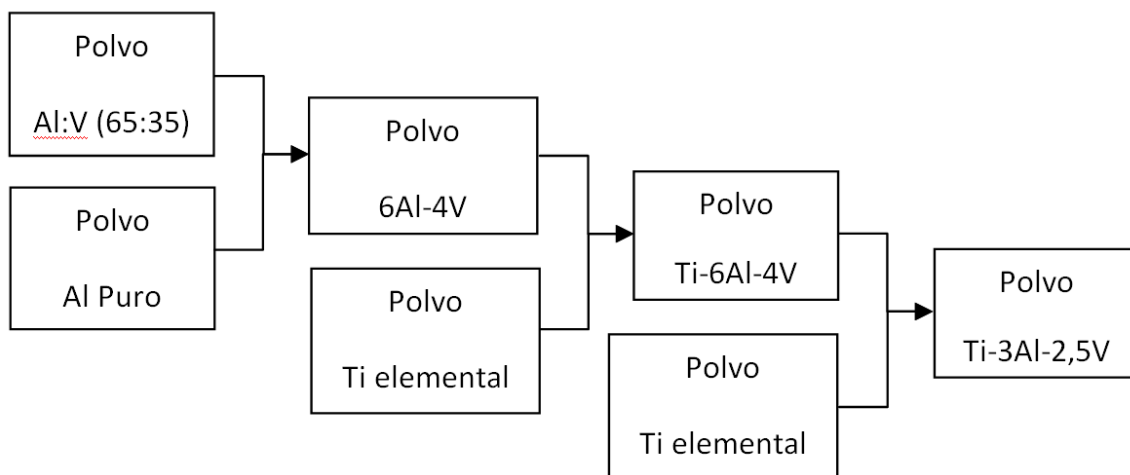
### 3.1 Fabricación de las probetas a ensayar

Como se explicó con anterioridad estos materiales se han obtenido a través de una ruta pulvimetalúrgica. Las composiciones objeto de estudio se han obtenido mediante la mezcla de polvos como se describe a continuación. Para el Ti-6-7, se tenía una aleación maestra de Nb:Al:Ti con relación 60:35:5 y se mezcló con la cantidad exacta de polvos de Al elemental para obtener la relación deseada entre el aluminio y el niobio. En una segunda etapa se añadió polvo de titanio elemental hasta obtener la relación en peso de 87% titanio, 6% aluminio y 7% niobio. La Figura 11 muestra un esquema de la obtención de la aleación.



**Figura 11: Proceso de fabricación de los polvos de la aleación Ti-6-7**

En el caso de la aleación Ti-3-2,5 la elaboración fue algo más laboriosa, tal como se muestra en el esquema de la Figura 12. Partiendo de polvos de aluminio elemental y de una aleación maestra de Al:V con relación 35:65 se obtuvo una aleación Al:V con una relación 60:40. Esa aleación 60:40 se mezcló con polvos de Ti elemental para dar una aleación Ti-6Al-4V y posteriormente se mezcló con más polvo de Ti para dar la aleación final Ti-3Al-2.5V.



**Figura 12: Proceso de fabricación de los polvos de la aleación Ti-3-2,5**

Las características de los polvos utilizados en las aleaciones se muestran en la Tabla 5.

**Tabla 5: Composición química y propiedades físicas de los polvos utilizados para hacer las aleaciones (datos del fabricante)**

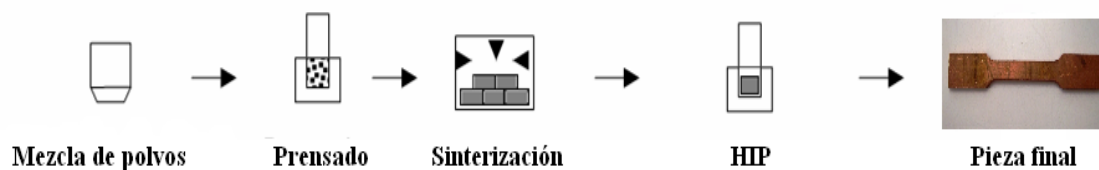
Elemento	Ti elemental	Al:V (35:65)	Al puro	Nb:Al:Ti (60:35:5)
Ti	99,6	...	...	5†
Al	...	35†	99	35†
V	...	65†	...	...
O	0,31	0,300*	...	0,15*
N	0,008	0,05*	...	0,05*
H	0,005	0,02*	...	...
C	0,007	0,05*	...	0,05*
Fe	...	0,500*	...	0,2*
Nb	...	...	...	60†
Forma	Irregular	Irregular	Esférica	Irregular
Tamaño (μm)	<75	<6,3	<150	<800

\*Valores máximos.

† Valores medios.

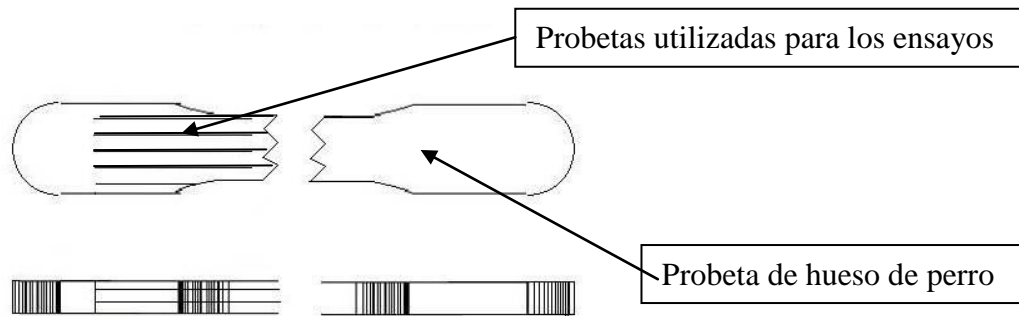
Una vez obtenidos los polvos con las proporciones deseadas, se prensaron en una prensa uniaxial de matriz flotante y se obtuvieron las piezas en verde. Estas piezas en verde eran probetas para hacer un ensayo de tracción con la geometría especificada en la norma MPIF 10 (26).

A estas probetas en verde se las sometió a un proceso de sinterización a 1250 °C durante dos horas. Finalmente, las probetas fueron sometidas a un prensado isostático en caliente (HIP) durante dos horas con una presión de 100 MPa, a una temperatura de 1000 °C. En la Figura 13 se muestra un esquema del proceso de conformado seguido por las probetas. Estas probetas se fabricaron en un trabajo previo realizado en el marco de la tesis de Leandro Bolzoni (27).



**Figura 13: Proceso de fabricación de las probetas a ensayar**

Para el estudio en este proyecto, el material de partida se suministró en forma de probeta de hueso de perro ensayada y cortada en dos de sus dimensiones de donde se extrajeron las probetas para los ensayos. En la Figura 14 se muestra un esquema de las probetas de partida y en la Figura 15 una foto de la probeta inicial y la obtenida por corte.



**Figura 14:** Probeta de tracción de la cual se extrajeron las probetas a ensayar en este proyecto



**Figura 15:** Probeta utilizada para los ensayos de este proyecto (arriba) y mitad de probeta de hueso de perro precursora (abajo)

Para el corte de las probetas se empleó la técnica de electroerosión con un hilo de 0,3 mm de forma que en cada corte se perdían aproximadamente 0,8 mm de material. Las labores de corte de probetas grandes para dar las probetas a estudio se encargaron a una empresa especializada.

## 3.2. Ensayos de las probetas

Las probetas a ensayar tenían una forma de paralelepípedo con un largo máximo de 40 mm, un canto nominal de 1,5 mm y un espesor nominal de 1,5 mm. Debido al limitadísimo número de probetas, hubo que optimizar su utilización y reutilizar medias probetas ensayadas. Las mitades de las probetas ensayadas siempre se volvieron a ensayar a una temperatura igual o superior para evitar que el calentamiento primero afectase al ensayo posterior, y asegurándonos de que no se había introducido daño en ellas. Antes de ser ensayada, cada probeta se midió en sus tres dimensiones en varios puntos. Para la medida de las dimensiones se dispuso de un calibre digital MITUTOYO de resolución 0,01 mm. (Figura 16).



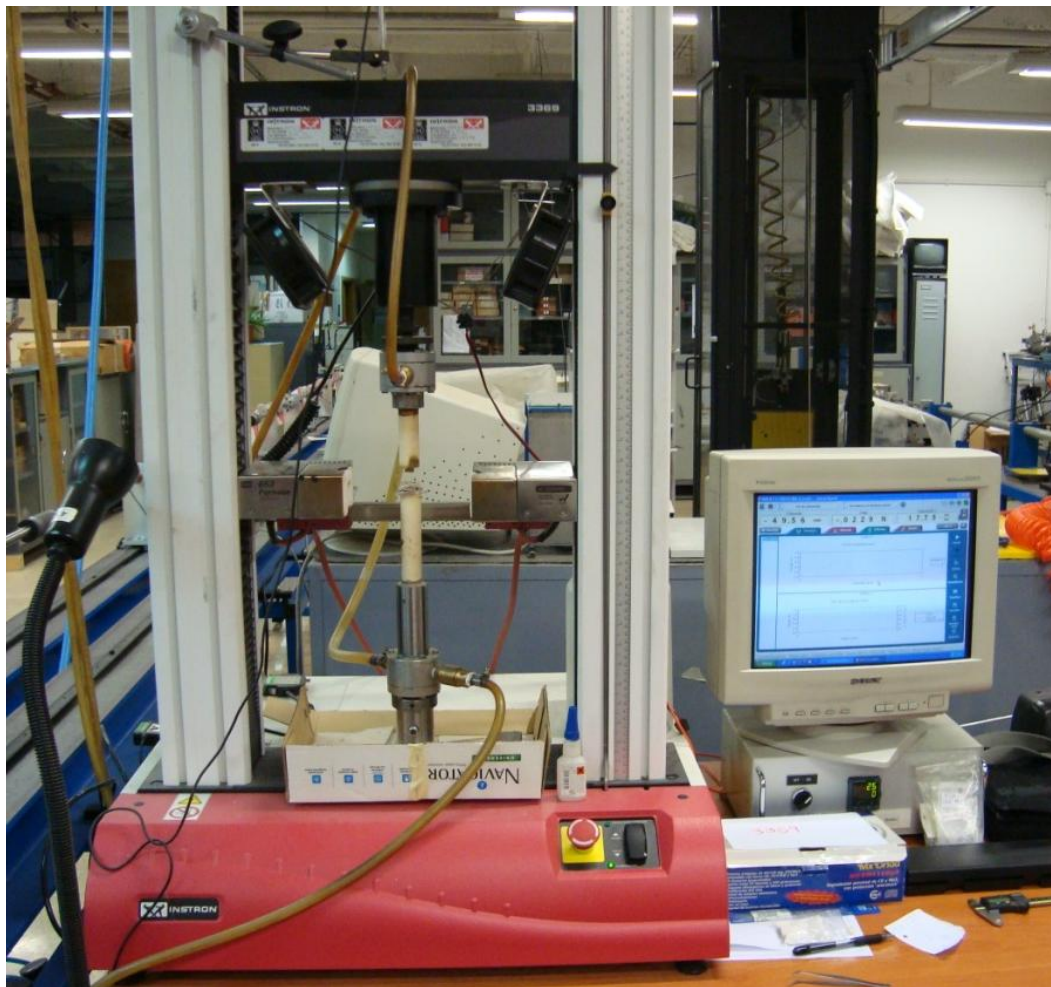
**Figura 16: Calibre digital para dimensionar las probetas**

### **3.2.1 Ensayo de flexión en tres puntos**

Debido a las reducidas dimensiones de las probetas y a que para completar el estudio se debían reutilizar las mitades rotas, se optó por realizar ensayos de flexión en tres puntos con una distancia entre apoyos de 16 mm, lo cual permitió un compromiso entre la máxima utilización del material y el que la luz entre apoyos sea mayor o igual que diez veces el canto de la probeta.

Estos ensayos se llevaron a cabo a una velocidad de 100  $\mu\text{m}/\text{min}$  y a diferentes temperaturas, 25 °C, 200 °C y 400 °C. Cuando los ensayos se realizaron a temperaturas superiores a 25 °C las muestras se calentaron a una velocidad de 30 °C/min. Una vez alcanzada la temperatura deseada se tomó como tiempo de estabilización de la temperatura de ensayo 12 minutos (tiempo suficiente para que el interior de la cámara y la probeta se termostatizase) Pasados 15 minutos desde el inicio de la prueba, si la probeta todavía estaba sin romper completamente, la velocidad de ensayo pasaba a ser de 1 mm/min.

Para el estudio de ensayo de flexión en tres puntos a diferentes temperaturas se necesitó una máquina universal INSTRON 3369 con una célula de carga de  $\pm 1$  kN (Figura 17). Asociado a la máquina se dispuso de un PC con un programa de lectura de datos en tiempo real de la célula.



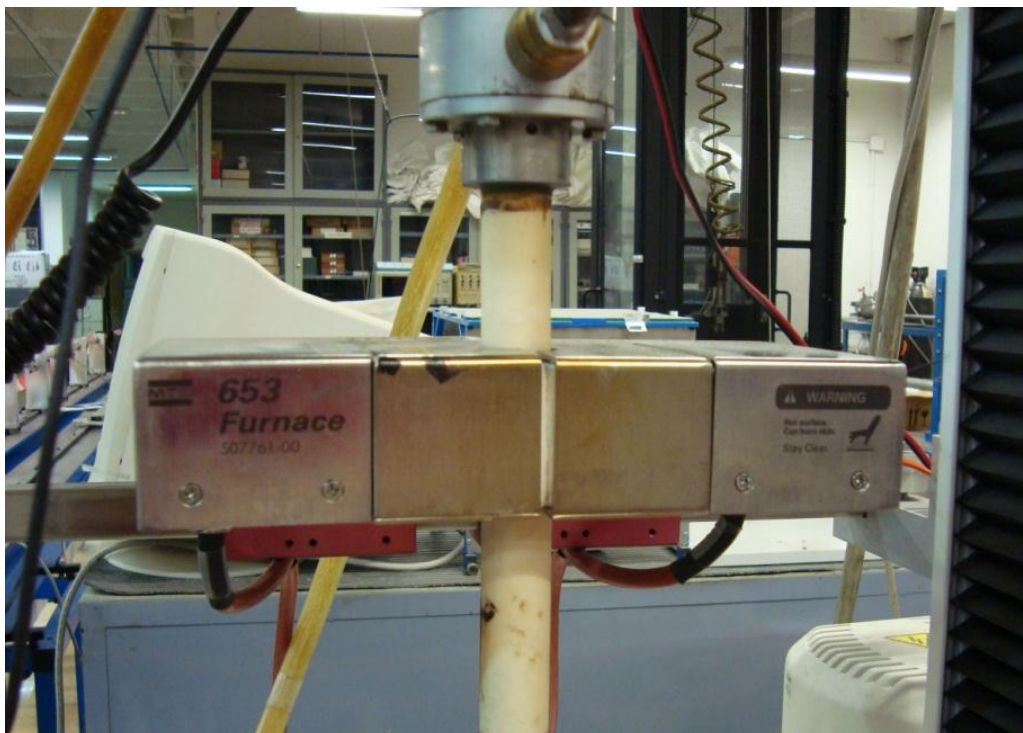
**Figura 17: Máquina de ensayos universal INSTRON 3369**

El control del ensayo y el registro de parámetros de éste en el ordenador se llevaron a cabo mediante el programa informático WAVEMAKER (INSTRON Corp) que tomaba en tiempo real directamente los datos digitales de la electrónica de la máquina.

Para medir el desplazamiento del actuador durante el ensayo se adhirió a las columnas de la máquina un extensómetro digital, también conectado al ordenador, Instron LVDT de  $\pm 1$  mm.

Para los ensayos a altas temperaturas se adosó un horno MTS 653 de resistencias de SiC con controlador EURO THERM (Figura 18). Un termopar colocado dentro del horno permitía registrar la temperatura en el PC y controlarla en todo momento (Figura 19).

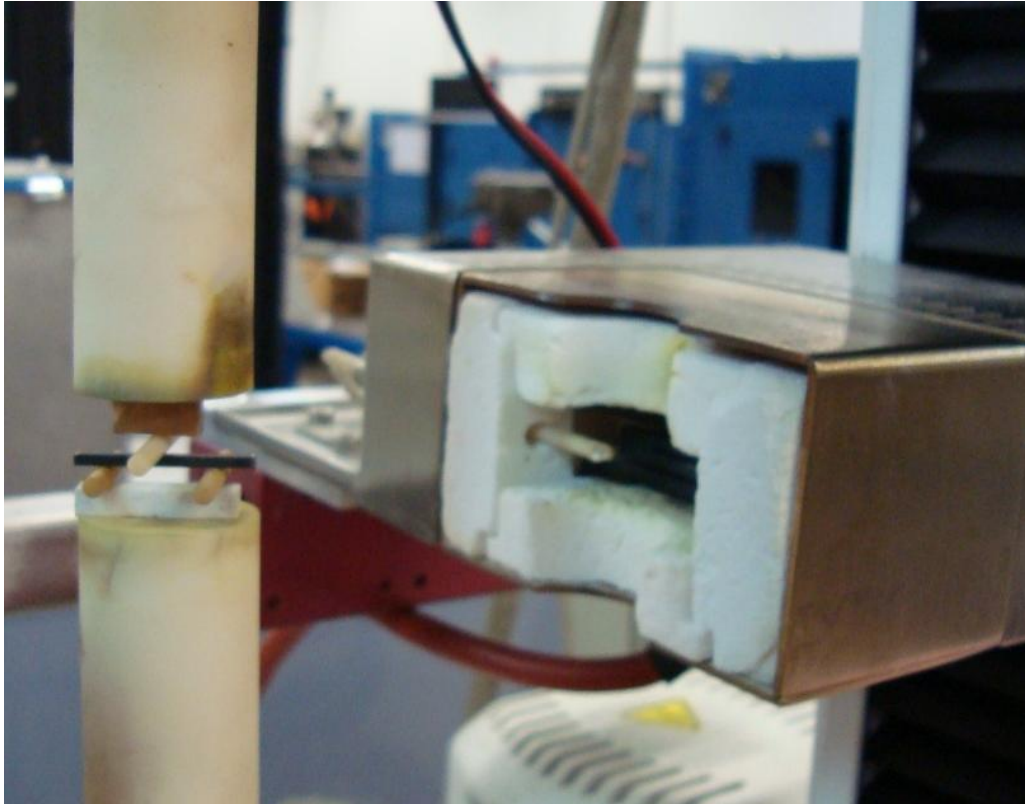




**Figura 18: Horno MTS 653 acoplado a la máquina de ensayos para elevar la temperatura de la muestra.**

Para aplicar la carga se utilizaron unas barras de alúmina. Éstas tenían un mecanismo de refrigeración en sus extremos mediante un circuito cerrado de agua a 20 °C que evitaba el sobrecalentamiento de la célula de carga y sus posibles distorsiones a la hora de medir desplazamientos.

Separadamente se instalaron un par de ventiladores mecánicos en la parte superior del horno (Figura 20) a fin de evitar que la acumulación de aire caliente, que asciende por convección, se embolse en torno a la célula de carga y provoque el mal funcionamiento de la misma.



**Figura 19: Detalle del termopar dentro del horno**



**Figura 20: Ventiladores para evitar acumulación de aire caliente**

Para controlar las subidas de temperatura, en cada ensayo se utilizó un autómata conectado al horno (Figura 21) y al ordenador que controlaba: el aumento de la temperatura por unidad de tiempo, la temperatura máxima que se debía alcanzar para el ensayo, la temperatura deseada dentro del horno en cada momento y la temperatura real del ensayo a lo largo de todo él. Dado que el horno era de dimensiones reducidas, no había mucha diferencia entre la temperatura deseada y la temperatura real del horno. En



algunas ocasiones, para asegurar aún más la estanqueidad del recinto interior del horno, se utilizó lana de alúmina en las juntas del horno.

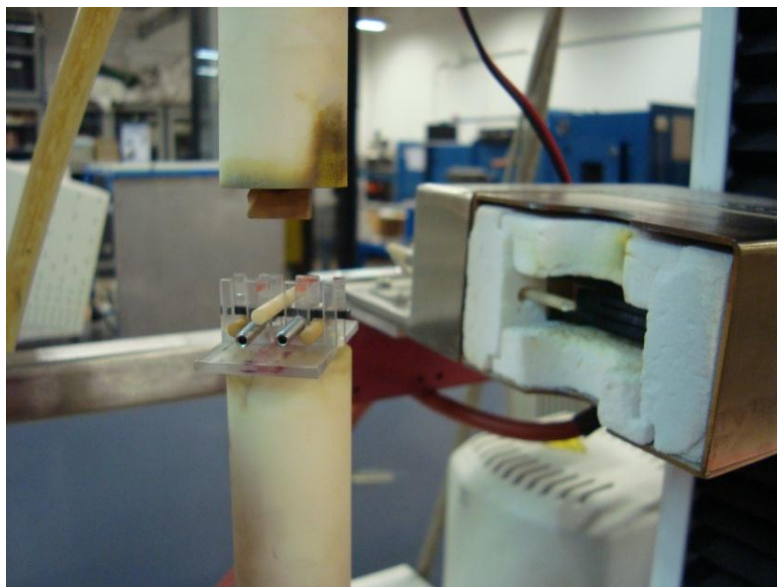


**Figura 21: Autómata de control de temperatura del horno**

Para aplicar la carga generada por las barras de alúmina sobre la probeta se utilizaron tres rodillos cilíndricos de alúmina de diámetro 3 mm.

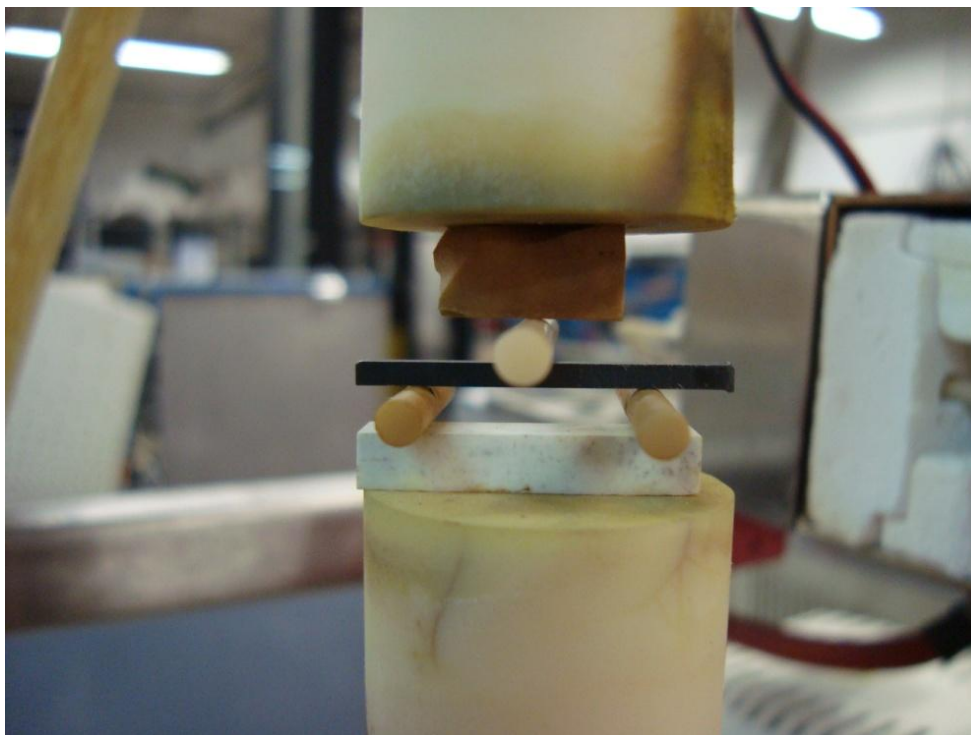
Para asegurar la distancia entre los rodillos se utilizaron unos centradores de metacrilato (Figura 22).

Antes de iniciar el ensayo, se colocó el conjunto de centradores, rodillos y probeta en la barra inferior del dispositivo de ensayo y se bajó la barra superior con un actuador manual lentamente hasta que el conjunto estaba sometido a una carga cercana a los 5 N. Con esta precarga inicial se garantizaba un equilibrio de los tres rodillos y la probeta y luego se quitaban los centradores.



**Figura 22: Conjunto de centradores, rodillos y probeta colocados en la máquina antes del ensayo**

Una vez quitados los centradores se procedió al ensayo de las probetas.



**Figura 23: Probeta montada lista para el ensayo**

La tensión bajo la línea central de la probeta, sobre la cara en tracción, se calculó a partir de la carga máxima registrada y las dimensiones de la probeta según la ecuación clásica obtenida por resistencia de materiales (28).

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot P \cdot L}{2 \cdot B \cdot D^2}$$

Siendo:

$\sigma_f$  = tensión en flexión  
P = carga máxima aplicada  
L = distancia entre apoyos.  
B = espesor de la probeta.  
D = canto de la probeta.

De igual manera, la ecuación que se empleó para obtener la deformación lineal fue:

$$\varepsilon = \frac{6 \cdot \delta \cdot D}{L^2}$$

Siendo:

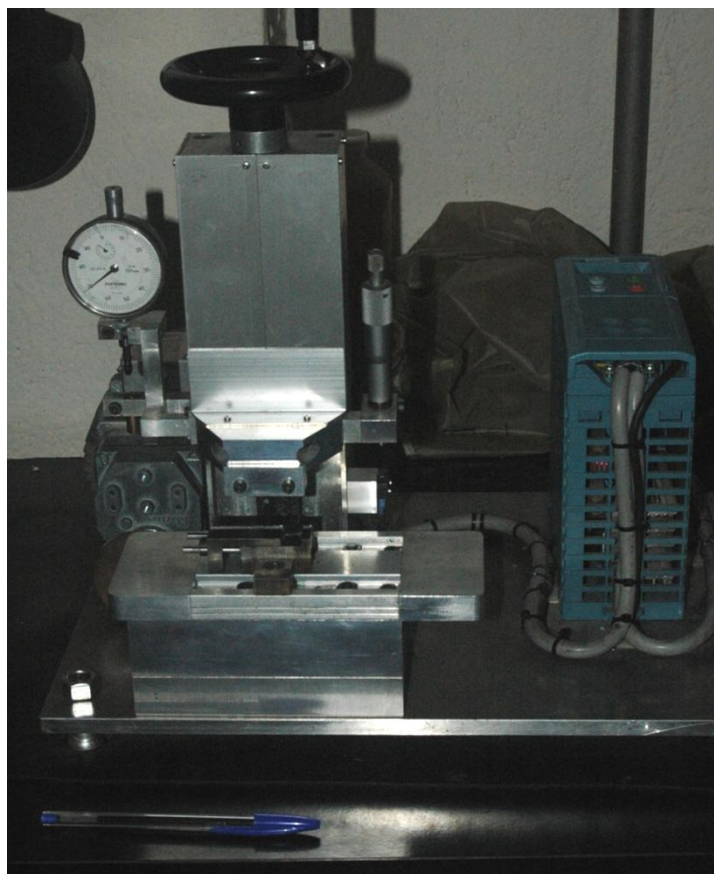
$\varepsilon$  = deformación lineal.  
 $\delta$  = flecha medida.

### 3.2.2 Ensayos de tenacidad a fractura

En los ensayos de tenacidad a fractura se utilizaron unas probetas de dimensiones similares a las que se indicaron en el apartado anterior y la distancia entre apoyos en este caso fue de 12 mm..En estos ensayos de tenacidad a fractura se necesitaba que las probetas tuviesen una entalla. Estas entallas tenían que cumplir un par de recomendaciones:

- Longitud de entalla  $\geq 0,25 \cdot$  Canto de la probeta (para asegurar que la entalla es mayor que cualquier defecto natural)
- Radio de fondo entalla  $< 20 \mu\text{m}$  (para asegurar que la entalla tiene un tamaño en su punta inferior al tamaño característico de la microestructura).

Para mecanizar las entallas se utilizó una máquina de diseño y fabricación propios, Figura 24). La máquina consistía en una plataforma inferior, donde se fijaba la probeta con unas mordazas, que se movía en dirección horizontal con un movimiento rectilíneo de vaivén gracias a la acción de un motor. En la parte superior había un brazo que se podía mover manualmente en dirección vertical. En la parte inferior del brazo se colocaba una cuchilla. Adosado al brazo se disponía de un comparador analógico que daba una idea de lo que bajaba la cuchilla con cada vuelta, de esta manera se controlaba la profundidad de la entalla.



**Figura 24: Maquina para hacer entallas en las probetas**

En el mecanizado de las entallas como herramienta de corte se utilizaron cuchillas de afeitar comerciales y para mejorar el contacto entre la cuchilla y la probeta se empleó polvo de diamante POLILAM BioDIAMANT® presentado en jeringuilla de 10 g.



**Figura 25: Cuchilla de mecanizado de entalla y pasta de diamante.**

El procedimiento que se siguió para hacer las entallas fue el siguiente:

- Penetrar en la probeta con un filo de la cuchilla hasta que queden unas pocas centésimas de milímetro para llegar a la profundidad deseada.
- Cambiar la cuchilla, poner una cuchilla nueva y dar un par de pasadas para acabar de mecanizar la entalla.

- Una vez que la entalla estaba mecanizada se introdujo la probeta en la máquina de ultrasonidos Cole-Parmer 8853 durante cinco minutos para limpiarla de las suciedades que había adquirido durante el proceso anterior.



**Figura 26: Máquina de ultrasonidos**

Con estos recursos se consiguieron entallas de profundidad suficiente y con un radio de entalla excelente. Este método, conocido como SEVNB (Single Edge V Notched Beam), había sido probado en materiales cerámicos dando resultados satisfactorios pero no se había conseguido un buen acabado de entalla en metales blandos como el titanio (29) (30). En este proyecto se ha demostrado por primera vez que este método puede ser igualmente bueno para metales eligiendo los parámetros precisos en la máquina, lo cual constituye una aportación original de este proyecto.

El mayor problema que se encontró en el entallado de estos materiales fue el alcanzar radios de final de entalla adecuados. Si se mantenía un único filo de cuchilla para mecanizar toda la entalla se obtenían radios de entalla demasiado grandes, puesto que el titanio desgastaba mucho el filo de la cuchilla de afeitar. Para solucionar este inconveniente se optó por cambiar el filo de cuchilla y coger uno nuevo para mecanizar las últimas centésimas de milímetro de la entalla. En las Figuras 27 y 28 se muestran imágenes de las entallas obtenidas.



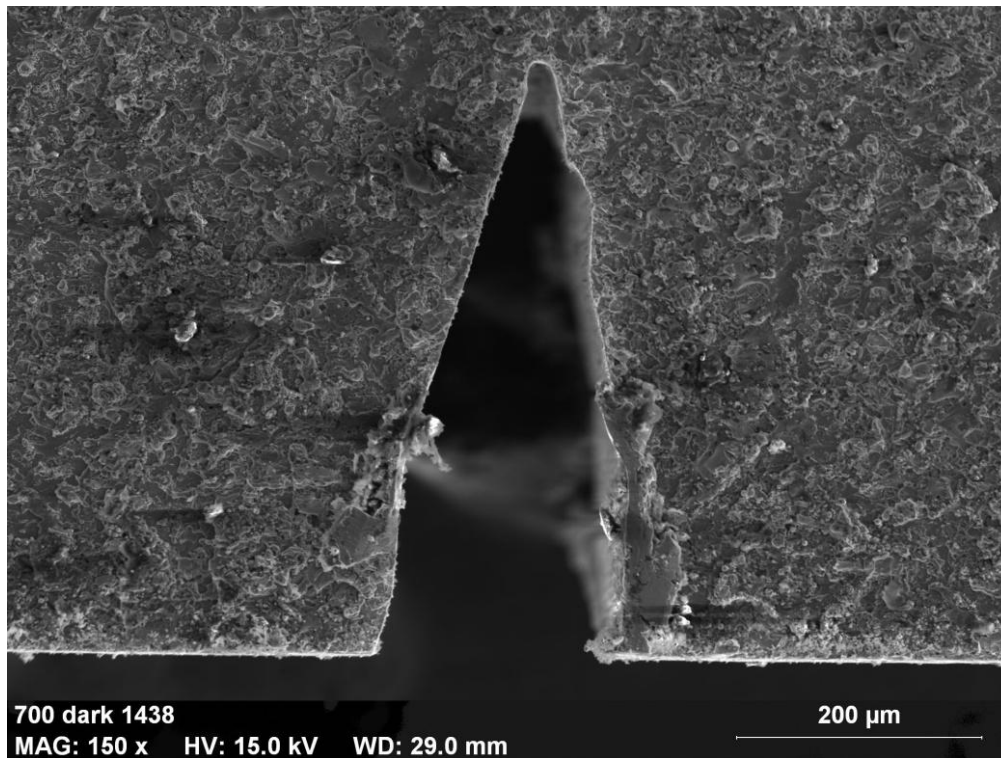


Figura 27: Aspecto de las entallas realizadas a las probetas

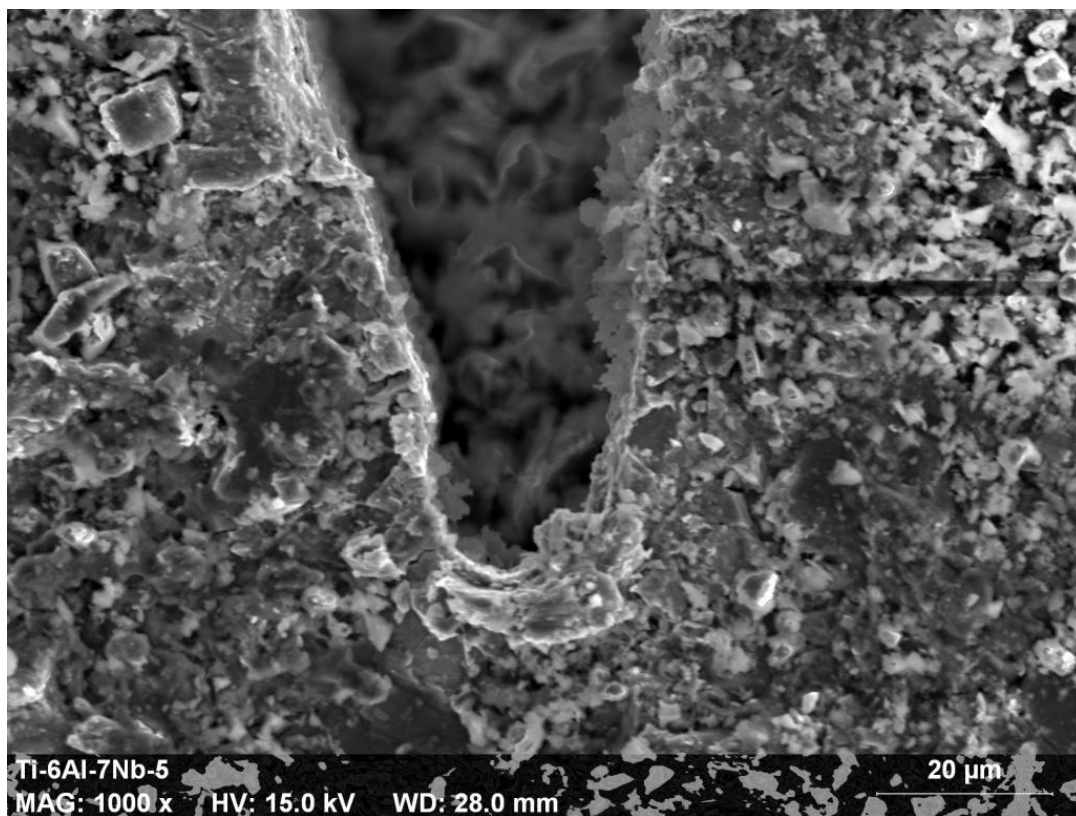


Figura 28: Detalle del radio de entalla

Para comprobar si la entalla tenía las dimensiones correctas se utilizó un proyector digital de perfiles NIKON V-12B con una resolución de 1  $\mu\text{m}$  (Figura 29).



**Figura 29: Proyector digital de perfiles**

Una vez que se comprobó que la entalla tenía las dimensiones deseadas se procedió al ensayo.

Los equipos utilizados para medir la tenacidad a fractura fueron los mismos que los descritos para el ensayo de resistencia a flexión.

Los ensayos se realizaron de la misma forma, a diferentes temperaturas 25 °C, 200 °C y 400 °C, con una velocidad de calentamiento de 30 °C/min y un tiempo de estabilización

de temperatura de 12 minutos. Los ensayos se realizaron en control de velocidad de desplazamiento de 100  $\mu\text{m}/\text{min}$  durante los primeros 15 minutos y con una velocidad de 1  $\text{mm}/\text{min}$  en los siguientes minutos.

Para el cálculo del factor de intensidad de tensiones se utilizó la siguiente expresión (31):

$$K_I = \frac{3PL\sqrt{\pi a}A - \frac{a}{W}B + \left(\frac{a}{W}\right)^2 C - \left(\frac{a}{W}\right)^3 D + \left(\frac{a}{W}\right)^4 E}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{\frac{3}{2}} \left(1 + \frac{2a}{W}\right) \sqrt{\pi}}$$

Siendo:

$$A = 1,989 - 0,356 \frac{W}{L}$$

$$B = 1,217 - 0,315 \frac{W}{L}$$

$$C = 3,212 - 0,705 \frac{W}{L}$$

$$D = 3,222 - 0,020 \frac{W}{L}$$

$$E = 1,226 - 0,015 \frac{W}{L}$$

Donde:

a = longitud de la entalla.

P = carga por unidad de espesor de la probeta.

W = canto.

L = distancia entre apoyos.

### 3.3 Medida de la dureza

El ensayo de dureza Vickers (ASTM 384-89 (UNE-EN ISO 6507-2)) emplea como objeto penetrador una pirámide cuadrangular de diamante con ángulo diedro de 136°. Este objeto es presionado sobre el material a estudio bajo una determinada carga. La dureza Vickers (HV) se define como el cociente entre la carga, F(N) y el área superficial A ( $\text{mm}^2$ ) de la huella dejada por el penetrador una vez retirada la carga.



La huella dejada por el penetrador se determina mediante la medición por microscopía óptica de las diagonales de la huella ( $d_1$  y  $d_2$ ), calculándose la dureza mediante la expresión:

$$HV = \frac{F}{A} = 1,8544 \frac{F}{d_1 d_2}$$

En este ensayo se utilizó un durómetro LECO V-100-C con una resolución en el visor de la medida de 1  $\mu\text{m}$  (Figura 30).

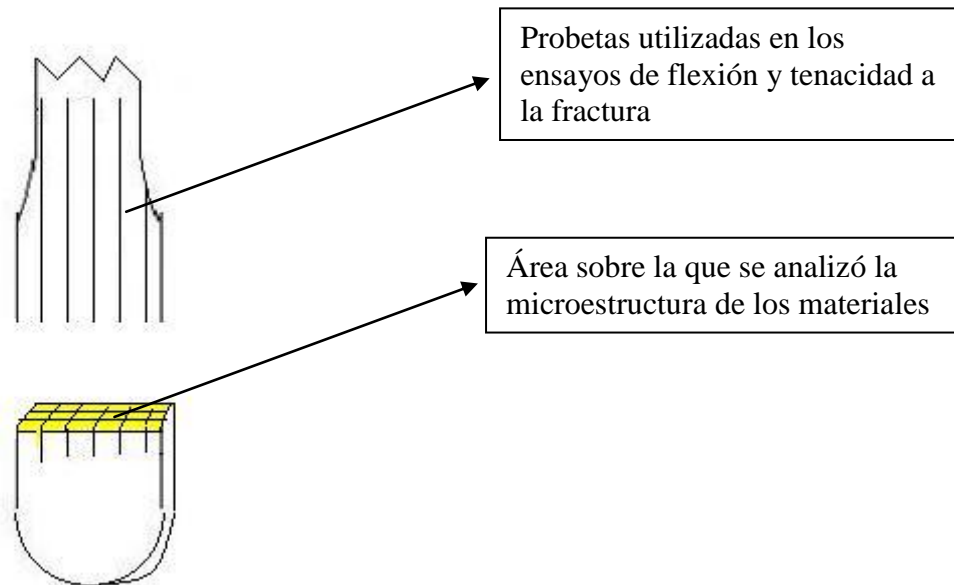


**Figura 30: Durómetro Vickers**

Para asegurar la independencia de la medida de dureza en función de la carga aplicada, se realizaron indentaciones con cargas de 1 y 10 kg – 9,8 y 98 N -, siendo el tiempo de aplicación de la carga 12 s.

### 3.4 Estudio micrográfico

La microestructura se analizó en la sección transversal de las probetas. Debido a que el área de las probetas ensayadas era mínima y que éstas se habían cortado de una probeta más grande, se decidió hacer el estudio micrográfico en la probeta grande. En la Figura 31 se observa en color amarillo el área sobre la que se analizó la microestructura.



**Figura 31: Área sobre la que se analizó la microestructura**

Para analizar la microestructura era necesario desbastar, pulir y atacar la superficie. Para el desbaste y pulido de las muestras se empleó una pulidora automática STRUERS ABRAMIN (Figura 32) con discos de lija de desbaste de granulometría desde 240 hasta 600 y con paños de pulido para la preparación de diamante Mecaprex de 6, 3 y 1  $\mu\text{m}$ .

Para que la pulidora automática pudiese preparar las superficies de las probetas para su análisis, éstas debían estar embutidas. Para la embutición de las probetas se utilizó resina epoxi ("Résine Mécaprex MA2").



**Figura 32: Pulidora STRUERS**

Para revelar la microestructura de las probetas se utilizó como reactivo de ataque el “líquido Kroll”, compuesto por 100 ml de agua ( $H_2O$ ), 3 ml de ácido fluorhídrico (HF) y 6 ml de ácido nítrico ( $HNO_3$ ). Las probetas se sumergieron durante diez segundos en el líquido de ataque para que revelase la microestructura (32)

El estudio micrográfico se llevó a cabo en un microscopio óptico modelo Olympus GX71 (Figura 33) perteneciente al Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales de la Universidad Carlos III de Madrid, que tenía acoplada una cámara y estaba conectado a un ordenador para la grabación y el tratamiento de imágenes.



**Figura 33: Microscopio óptico con el que se estudió la micrografía (UC3M)**

## **3.5 Estudio fractográfico**

Las superficies de fractura, tras los ensayos de resistencia mecánica y tenacidad a fractura, se examinaron por microscopía electrónica de barrido (SEM). Para ello se empleó un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6300 (Figura 34) equipado con detector de electrones secundarios, detectores de electrones retrodispersados y análisis de dispersión de rayos X. Para el estudio de las imágenes se utilizó el software QUANTAX. QUANTAX está basado en un espectrómetro de rayos-X de energía dispersa (EDS).



**Figura 34: Microscopio electrónico de barrido (UPM)**

Las probetas se montaron sobre el soporte sin necesidad de metalizado previo puesto que los materiales eran suficientemente buenos conductores de la electricidad.



# Capítulo 4

## Resultados y discusión

En este capítulo se describirán los resultados obtenidos de los ensayos de caracterización mecánica y el estudio micrográfico de las dos aleaciones de titanio que se estudian.

Los resultados de ambos materiales se van a comparar con las propiedades de un material de referencia. El material de referencia es un titanio comercialmente puro de grado 4, fabricado por pulvimetalurgia y sometido a un sinterizado, fabricado en la UC3M. A continuación se muestra una breve descripción del procesado, caracterización y propiedades mecánicas del material de referencia en la Figura 35 y en la Tabla 6.



Figura 35: Método de fabricación de las probetas del titanio de referencia (Ti HDH)

**Tabla 6: Composición del material de referencia (Ti HDH).**

<b>Elemento</b>	<b>Titanio elemental (Ti HDH)</b>
Ti	99,6
O	0,31
N	0,008
H	0,005
C	0,007
<b>Forma</b>	Irregular
<b>Tamaño (μm)</b>	<75

Como se aprecia en la Figura 35, el titanio de referencia siguió unos pasos similares para su procesamiento: los polvos de Ti, se sometieron a un prensado y a una posterior sinterización a 1250 °C durante dos horas. A diferencia de los dos materiales a estudio, el material de referencia no sufrió un post-procesamiento mediante prensado isostático en caliente (HIP). Este fue el material de referencia para todos los ensayos salvo para la dureza. Para comparar durezas se utilizó como referencia un titanio comercialmente puro sometido a un prensado isostático en caliente durante 2 horas y a 1000°C, es decir, que había sufrido los mismos tratamientos que los materiales a estudio.

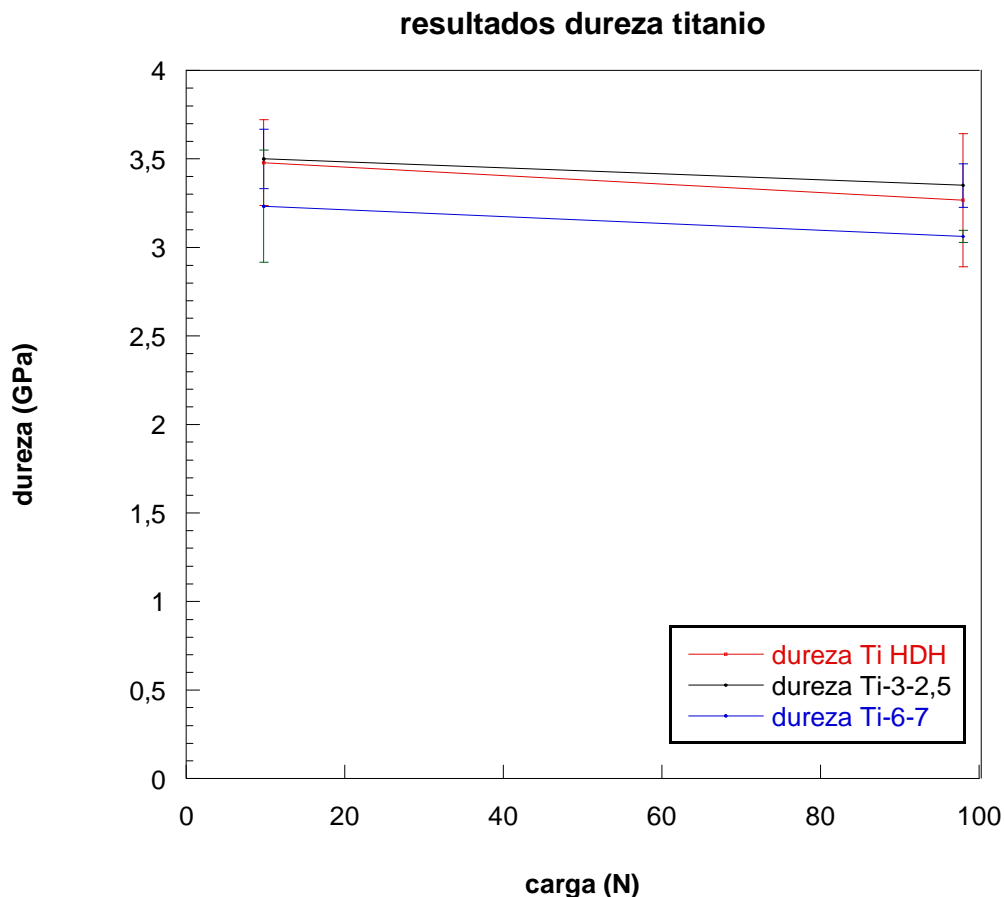
## 4.1 Dureza de las aleaciones

Los resultados obtenidos en los ensayos de dureza Vickers con su error cuadrático medio se muestran en la Tabla 7 para los materiales objeto de estudio y el de referencia:

**Tabla 7: Valores de dureza Vickers**

<b>Muestra</b>	<b>F = 9,8 N</b>		<b>F = 98 N</b>	
	<b>HV (GPa)</b>	<b>HV</b>	<b>HV (GPa)</b>	<b>HV</b>
<b>TI HDH</b>	3,8±0,2	380±30	3,5±0,4	350±40
<b>Ti-3-2,5</b>	3,8±0,2	377±8	3,6±0,1	361±6
<b>Ti-6-7</b>	3,5±0,3	348±15	3,3±0,03	330±2





**Figura 36: Representación de los valores medios de dureza de los tres materiales, y su error cuadrático medio, para carga de 9,8 N y 98 N.**

En la Figura 36 se observa una pequeña variación de la dureza en función de la carga: las tres aleaciones presentan una dureza ligeramente inferior con cargas altas, aunque estadísticamente no es relevante pues las barras de error de ambas situaciones se solapan y los valores aparecen interconectados. Este efecto puede deberse a la menor dureza del material donde se embutieron las muestras. A cargas más bajas el material de embutición resina epoxi aguanta la carga, sin embargo a cargas mayores el material de embutición hace un efecto amortiguador de la dureza. No obstante, independientemente de la carga aplicada, la aleación Ti-3-2,5 presenta una dureza ligeramente superior que la Ti-6-7 y ambas tienen una dureza similar a la de la muestra de referencia, el Ti HDH.

Los valores de dureza obtenidos para el Ti-6-7 concuerdan con los que han obtenido diferentes publicaciones. Pese a no haber encontrado ninguna publicación que haya obtenido la dureza del Ti-6-7 en la escala Vickers, diferentes autores obtienen un valor de 33 HRC que sería extrapolable a una dureza 327 HV (33). Sin embargo, los valores de dureza del Ti elemental y del Ti-3-2,5 son más altos que en los datos encontrados en la bibliografía (7). En la bibliografía la dureza para el titanio elemental se sitúa en torno a 100 HRB  $\approx$  250 HV y para el Ti-3-2,5 es 25HRC  $\approx$  266 HV. La razón de esta disonancia entre la bibliografía y este estudio se debe encontrar en una combinación de factores, entre los cuales se encuentra el nivel de impurezas (oxígeno), la porosidad y el tamaño de grano. Sin embargo no ha sido objeto de este proyecto valorar estas influencias y los datos se muestran a efectos de comparación.

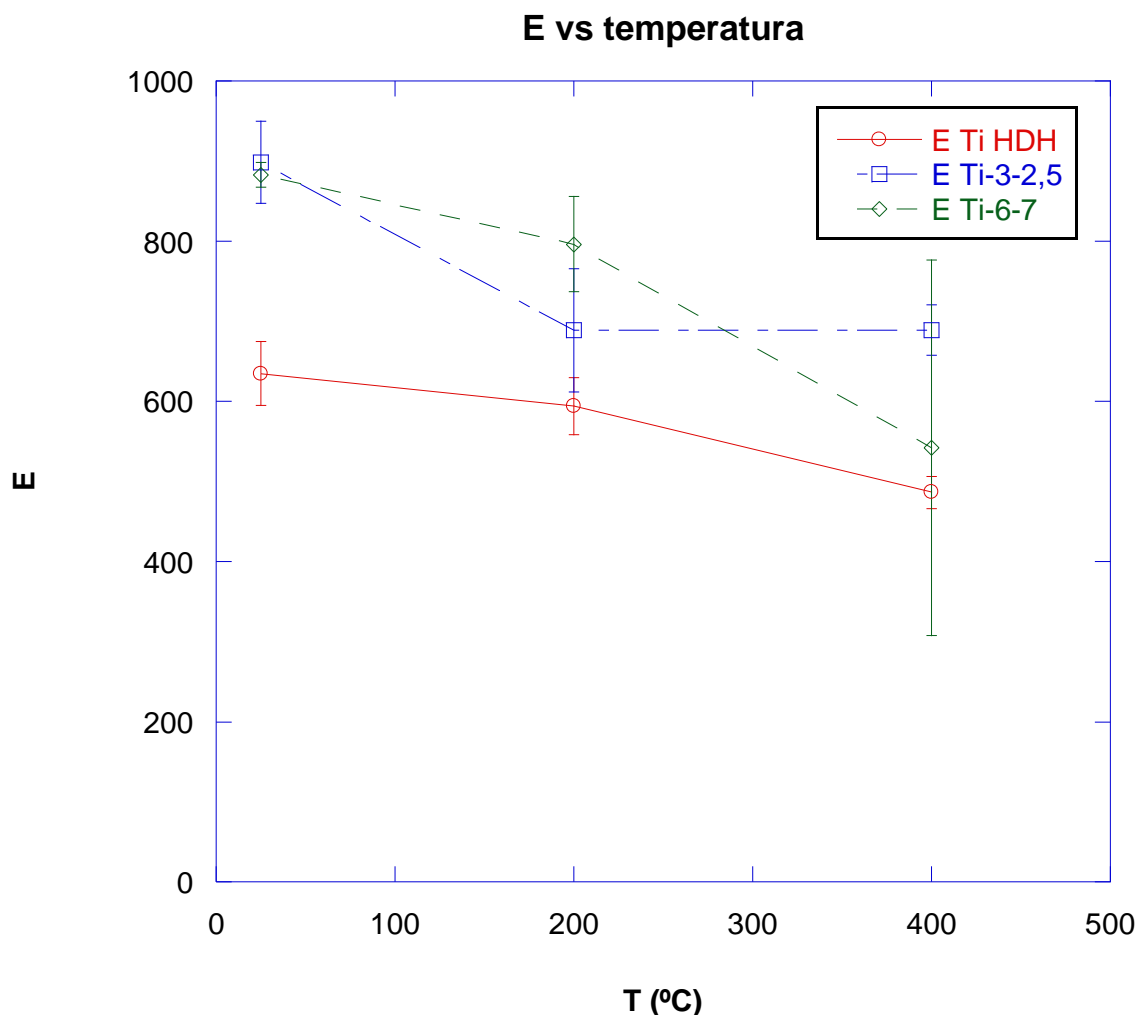
## 4.2 Evolución del módulo de elasticidad con la temperatura

El módulo de elasticidad de las muestras se midió mediante ensayos a flexión en tres puntos como se describe en el Capítulo 3. El módulo de elasticidad se calcula como pendiente en las gráficas carga-deformación durante el tramo en que los materiales presentan un comportamiento elástico lineal. Para calcular el módulo de elasticidad a temperatura ambiente se empleó un sistema no destructivo de medida por resonancia llamado GrindoSonic (34).

Para analizar la evolución del módulo de elasticidad con la temperatura se ha elaborado una tabla con el cociente entre cada medida y el módulo elástico de cada material a temperatura ambiente ( $E_0$ ). En la Tabla 8 se recogen estos resultados:

**Tabla 8: Valores medios de E a 25 °C y Valores de  $E/E_0$  a diferentes temperaturas con su error cuadrático medio.**

<b>T (°C)</b>	<b>E Ti HDH</b>	<b>E Ti-3-2,5</b>	<b>E Ti-6-7</b>
25 Grindosonic	103±1 GPa	116±2 GPa	115±3 GPa
25	1±0,06	1±0,05	1±0,02
200	0,94±0,06	0,77±0,09	0,91±0,07
400	0,78±0,03	0,77±0,03	0,60±0,2



**Figura 37: Módulo de elasticidad medio en función de la temperatura y su error cuadrático medio.**

Como se puede observar en la Tabla 8 y en la Figura 37 se han representado la evolución del módulo de elasticidad a diferentes temperaturas en los dos materiales a estudio y en el material de referencia.

En términos absolutos el titanio de referencia tiene un módulo de elasticidad inferior en todo el rango de temperaturas. Esto significa que la curva carga-deformación tiene una pendiente menor en la zona lineal. A 200 °C el material que mayor módulo elástico tiene es el Ti-6-7 y a 400 °C el de mejor propiedad es el Ti-3-2,5.

El módulo de elasticidad en cada uno de los tres materiales tiene una evolución diferente a medida que se aumenta la temperatura. El Ti-3-2,5 y Ti-6-7 presentan módulos de elasticidad similares a temperatura ambiente y son claramente superiores al módulo de elasticidad del Ti HDH a esa temperatura.

El Ti-3-2,5 tiene una caída grande de esta propiedad a 200 °C pero a temperaturas superiores apenas disminuye su módulo elástico, es decir, hay una degradación del módulo elástico a 200 °C pero a partir de esa temperatura su módulo elástico se mantiene.

El Ti-6-7 tiene una disminución más constante a lo largo del rango de temperaturas. Este tiene una disminución de módulo elástico de 25 °C a 200 °C y a su vez también hay una reducción de esta propiedad de 200 °C a 400 °C.

Comparando porcentualmente cómo se degrada el módulo de elasticidad a medida que se aumenta la temperatura de ensayo, se observa que el Ti-6-7 tiene una bajada en torno al 40% de su módulo de elasticidad si sus condiciones de trabajo cambian de 25 °C a 400 °C. Para los otros materiales, el cambio es menor y pierden el 22% y el 23% del módulo elástico si su temperatura de trabajo cambia de 25 °C a 400 °C. Para el titanio de referencia, Ti HDH, se aprecia una bajada del 6% en de 25 °C a 200 °C y una bajada del 14% de 200 °C a 400 °C. En el Ti-3-2,5 esta disminución del 23% del módulo de elasticidad, como se adelantó en el párrafo anterior, se produce al cambiar la temperatura de trabajo de 25 °C a 200 °C manteniendo los valores de esta propiedad a 400 °C. El material Ti-6-7 tiene una disminución del 10% a 200 °C y se observa una gran pérdida de esta propiedad si se aumenta la temperatura de trabajo hasta 400 °C.

Los datos obtenidos en este estudio son similares a los obtenidos por diferentes autores donde el módulo de elasticidad de estos tres materiales a temperatura ambiente está en un rango de entre 105 y 110 GPa (6). Comparando los resultados de la evolución del módulo de elasticidad en función de la temperatura con los consultados en la bibliografía (35) se comprueba que en este estudio ha habido una mayor degradación del módulo en los todos los materiales. Los datos bibliográficos apuntan a una disminución del 10-15% de módulo entre 25 °C y 400°C mientras que en todos los materiales de este estudio la degradación del módulo ha sido superior al 20%.

## 4.3 Resistencia mecánica

La resistencia mecánica se ha determinado mediante ensayos de flexión en tres puntos. Estos ensayos se han realizado a 25 °C, 200 °C y 400 °C. Las curvas tensión-deformación ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) han sido obtenidas a partir de las gráficas fuerza-desplazamiento aplicando las fórmulas citadas en el procedimiento experimental descrito en el capítulo anterior.

A todas las temperaturas ensayadas los materiales tuvieron un comportamiento plástico, por tanto, para la caracterización de la resistencia mecánica del material se ha utilizado el límite elástico al 0,2% ( $\sigma_{0,2}$ ). Para obtener este valor se ha trazado una recta paralela a la que presenta el material en régimen elástico, pero con su origen trasladado a un valor de deformación  $\epsilon=0,2\%$ . El valor  $\sigma_{0,2}$  es la intersección entre la recta dibujada y la curva experimental  $\sigma$ - $\epsilon$ .

Los resultados de carga máxima y límite elástico se muestran en la Tabla 9 y en la Tabla 10.

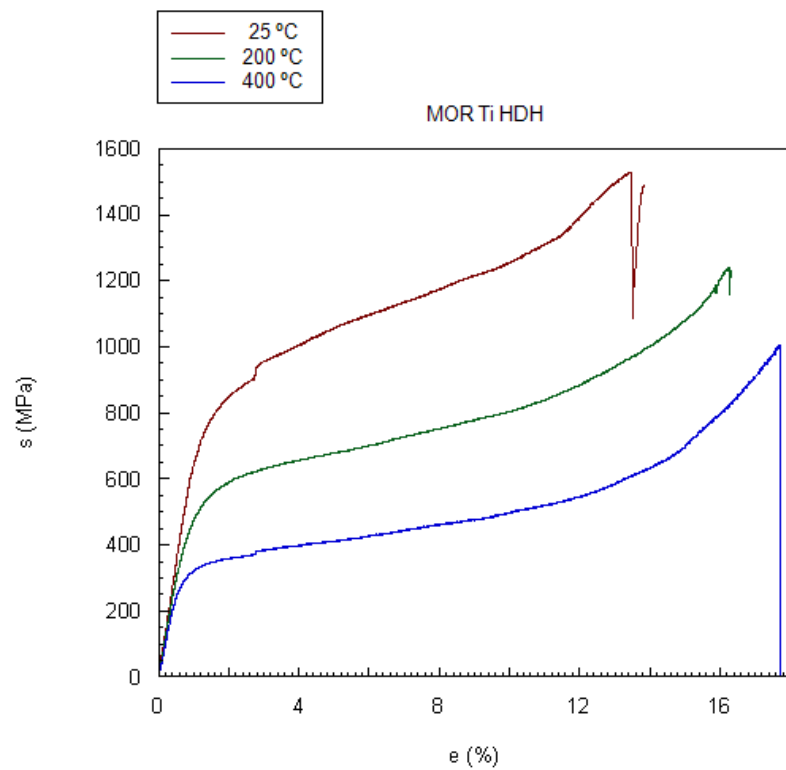
**Tabla 9: Carga máxima media en flexión en función de la temperatura**

<b>T (°C)</b>	<b><math>\sigma_{\text{máx}}</math> Ti HDH (MPa)</b>	<b><math>\sigma_{\text{máx}}</math> Ti-3-2,5 (MPa)</b>	<b><math>\sigma_{\text{máx}}</math> Ti-6-7 (MPa)</b>
25 °C	1500±30	1310±40	1700±70
200 °C	1200±200	1230±20	1450±30
400 °C	900±100	780±30	1060±20

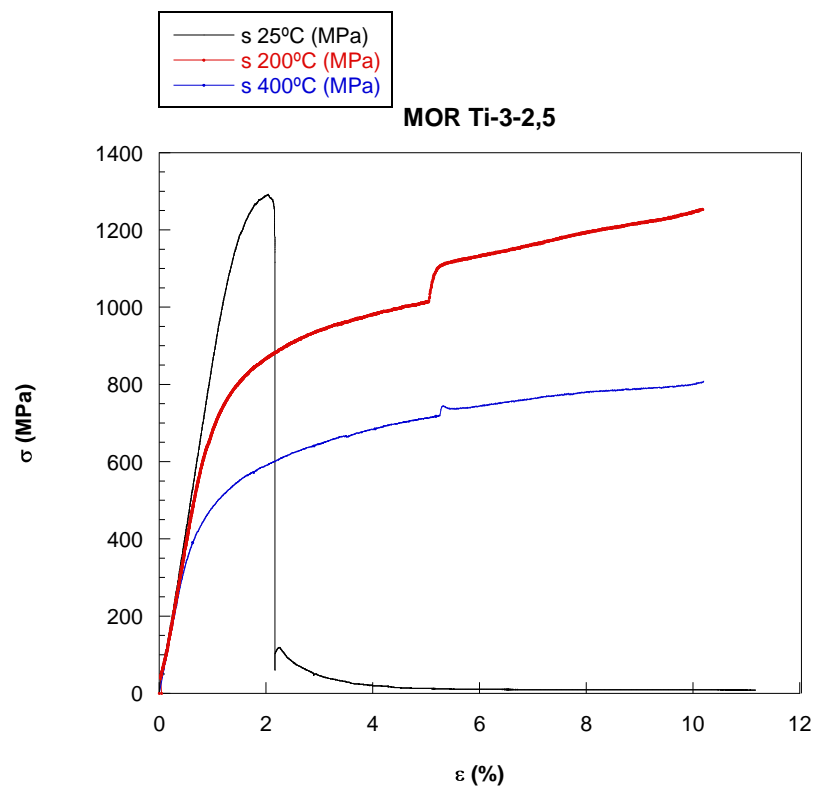
**Tabla 10: Límite elástico al 0,2%**

<b>T (°C)</b>	<b><math>\sigma_{0,2}</math> Ti HDH (MPa)</b>	<b><math>\sigma_{0,2}</math> Ti-3-2,5 (MPa)</b>	<b><math>\sigma_{0,2}</math> Ti-6-7 (MPa)</b>
25	780±50	1250±30	1320±60
200	440±20	730±40	930±70
400	230±40	420±30	530±200

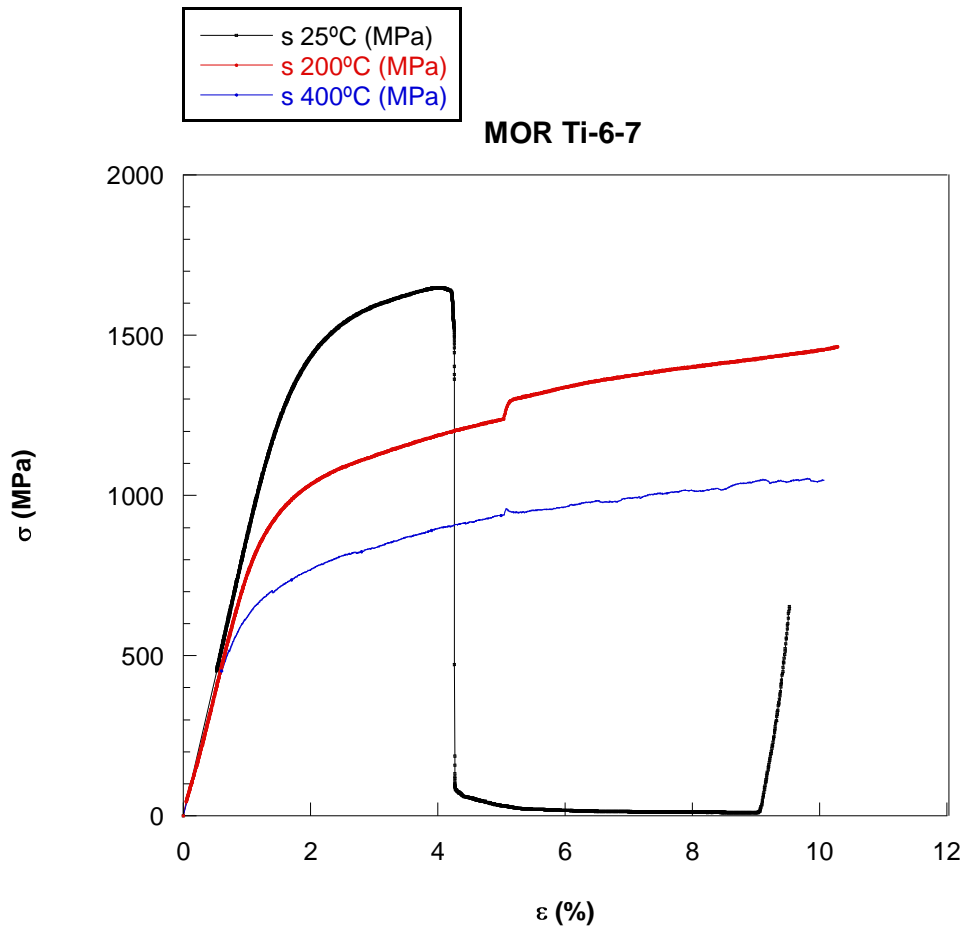
En la Figura 38, Figura 39 y Figura 40 se muestran las curvas  $\sigma$ - $\varepsilon$  a distintas temperaturas para los diferentes materiales a estudio calculadas según se explicó en el procedimiento experimental. Estas curvas se utilizan en este proyecto con fines comparativos ya que el cálculo de la tensión mediante las fórmulas descritas en el apartado experimental es únicamente válido en régimen elástico.



**Figura 38: Resistencia a flexión del titanio HDH (referencia).**



**Figura 39: Resistencia a flexión de la aleación Ti-3Al-2,5V.**



**Figura 40: Resistencia a flexión de la aleación Ti-6Al-7Nb.**

En los dos materiales a estudio se observa un cambio sustancial en el comportamiento cuando se pasa de ensayos a temperatura ambiente a ensayos a alta temperatura.

A temperatura ambiente los tres materiales presentan gráficas con dos zonas bien diferenciadas: una zona donde el material tiene un comportamiento elástico y lineal (zona lineal de la gráfica) y una zona donde el material tiene un comportamiento plástico. Además los materiales a estudio tienen un escalón en la gráfica tensión-deformación que representa la rotura de la probeta. Se observa que el titanio de referencia tiene un comportamiento muy plástico incluso a temperatura ambiente. Comparándolo con los materiales a ensayo, se aprecia que el Ti-6-7 es un material más dúctil a temperatura ambiente puesto que rompe a elongaciones cercanas al 4%, mientras que el Ti-3-2,5 rompe a elongaciones próximas al 2%. Los tres materiales a temperatura ambiente soportan cargas máximas diferentes; por orden creciente, el Ti-3-2,5 soporta una carga máxima que ronda los 1300MPa, el Ti HDH soporta cargas cercanas a los 1500 MPa y el Ti-6-7 rompe a 1700 MPa. Como se ve, hay un gran aumento de ductilidad a medida que se incrementa la temperatura. Esto significa que a temperatura igual o superior a 200 °C la zona elástica disminuye y casi todo el comportamiento del material es plástico. A 200 °C el comportamiento de Ti-3-2,5 y Ti-6-7 es un comportamiento plástico puesto que presentan una curva en la que, a medida que se ejerce más carga sobre la probeta, ésta sufre elongaciones mayores. A 400 °C los dos materiales pasan a describir un

comportamiento visco-plástico donde superada una barrera de carga, el material se deforma mucho a cargas constantes.

También se quería observar para los materiales Ti-3-2,5 y Ti-6-7 el comportamiento a diferentes velocidades de deformación. Debido a la escasa cantidad de probetas se decidió hacer este estudio mientras se realizaban los ensayos de flexión en tres puntos. Para este estudio se cambió la velocidad de ensayo de 1  $\mu\text{m}/\text{min}$  a 1  $\text{mm}/\text{min}$  (tres órdenes de magnitud) cuando los materiales ya estaban en régimen plástico. Por este motivo en la Figura 39 y Figura 40 se observa un salto en la curva de 200 °C y un pico en la curva de 400 °C a deformaciones cercanas al 5%. A temperatura ambiente este cambio de velocidad de ensayo no se observa porque las probetas rompían a elongaciones mucho menores.

El salto en la pendiente de los dos materiales a estudio cuando se cambiaba la velocidad de deformación se debe a que hay un gran número de dislocaciones en el material pero éstas no son capaces de moverse y juntarse tan rápido. Se puede afirmar por tanto que los materiales a estudio tendrían una resistencia mayor a flexión a 200 °C si se aumentase la velocidad de deformación

A 400 °C únicamente se observa un pequeño pico en la gráfica justo en el momento de aumentar la velocidad de ensayo a 1  $\text{mm}/\text{min}$ . Inmediatamente después la resistencia baja para seguir la línea que marcaba con la velocidad de ensayo primitiva (1  $\mu\text{m}/\text{min}$ ). Esto se debe a que el material a 400 °C ya tiene tantas dislocaciones activas, y se pueden mover con tal libertad, que la velocidad de ensayo no afecta a la curva tensión-deformación del material.

En la Tabla 10 se recogen los valores de la tensión al 0,2% de los diferentes materiales a estudio y en la Figura 41 se representa el cambio de resistencia a diferentes temperaturas para los tres materiales. Se aprecian tres líneas de tendencia similar, con una caída de la resistencia a medida que se aumenta la temperatura. Este resultado concuerda con la idea de que los materiales pierden rigidez y ganan ductilidad a medida que aumenta la temperatura de ensayo. El titanio de referencia es el material que menor resistencia tiene en todas las temperaturas medidas y el Ti-6-7 es el material más resistente a todas las temperaturas.



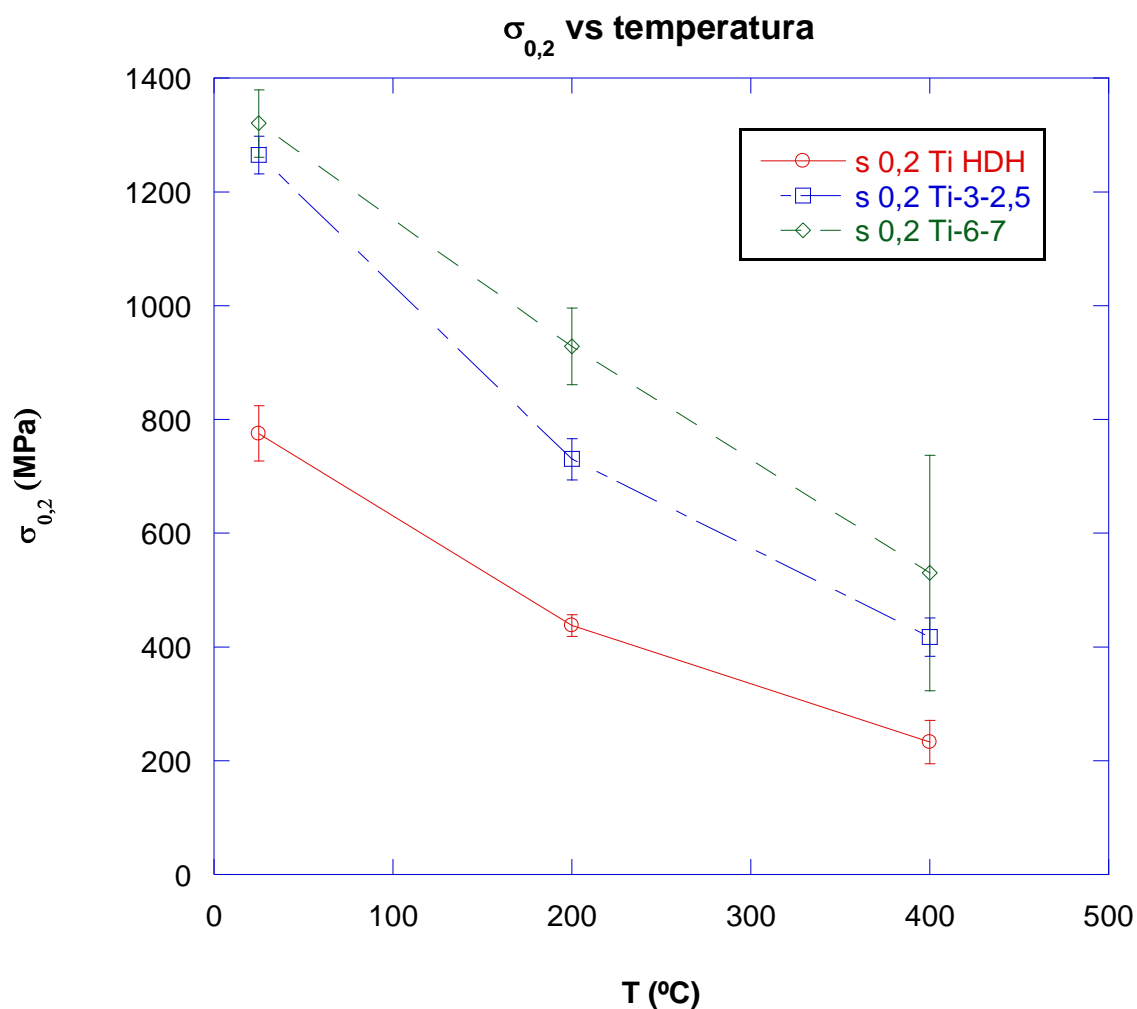
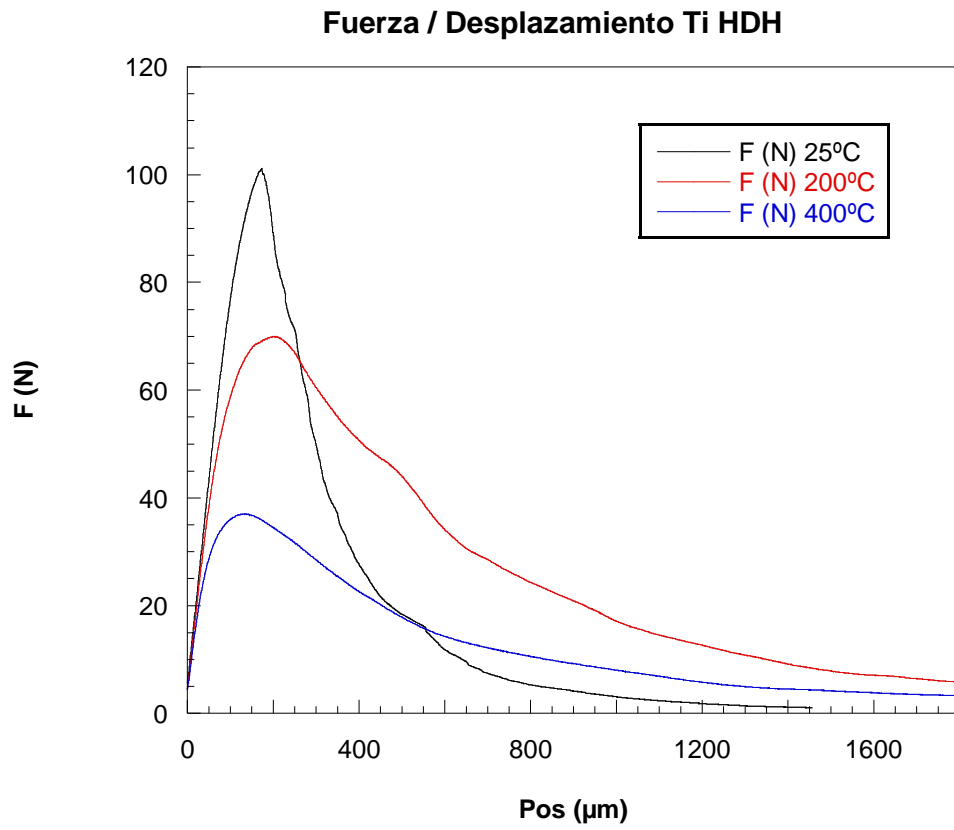


Figura 41: Evolución del  $\sigma_y$  medio y su error cuadrático medio en función de la temperatura

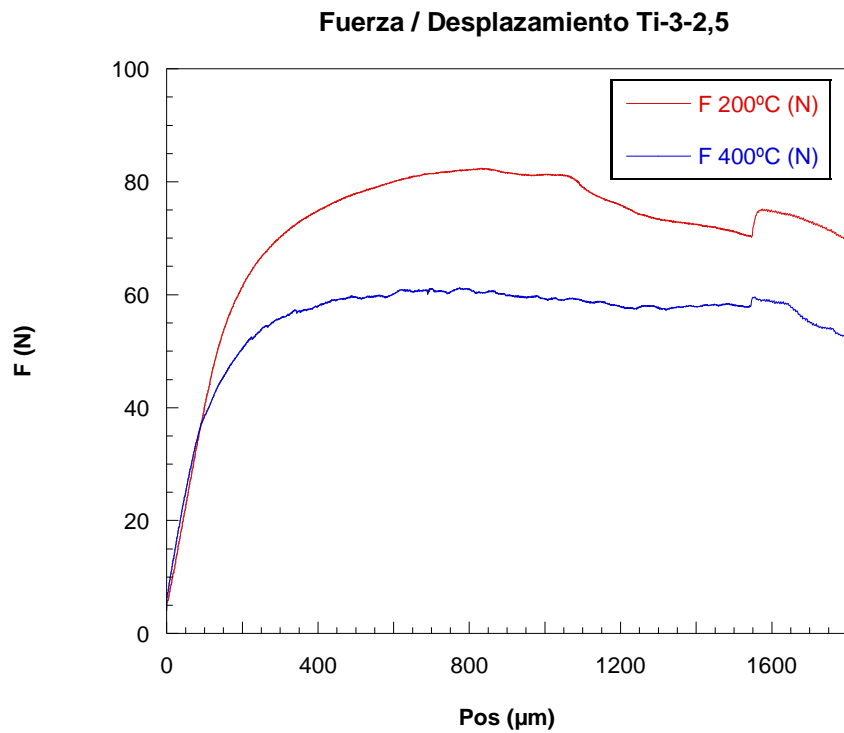
## 4.4 Tenacidad a fractura

La tenacidad a la fractura se evaluó mediante ensayos de flexión en tres puntos de probetas con entalla simple en borde. De igual manera que los ensayos de resistencia mecánica, los ensayos se realizaron a 25 °C, 200 °C y 400 °C.

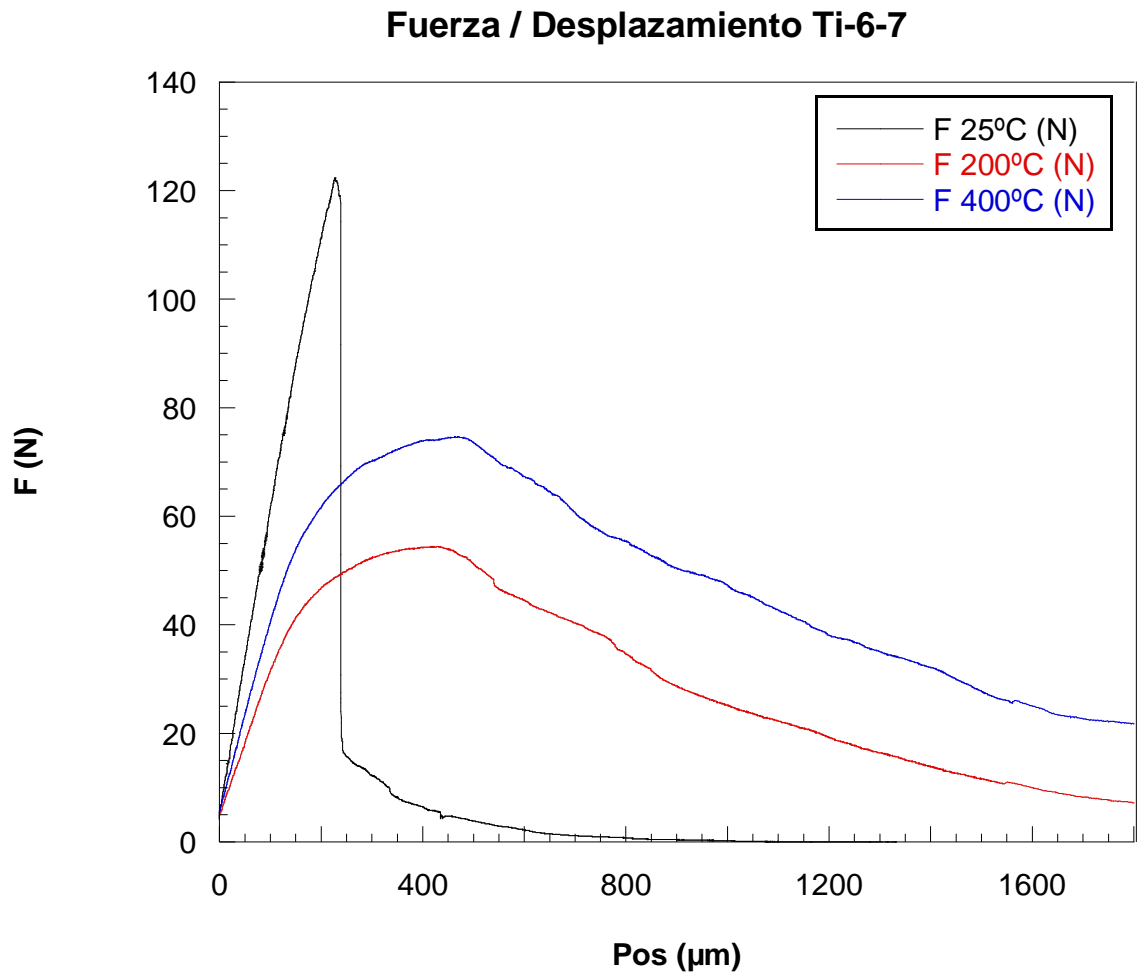
Las curvas fuerza–desplazamiento registrados en el ordenador dependen en gran medida de las dimensiones de las muestras y de la longitud de la entalla inicial. Por este motivo no se puede hacer un estudio comparativo muy riguroso de los materiales basándonos en la curva fuerza-desplazamiento sino considerar algunos datos como referencia. Las curvas obtenidas para los tres materiales y temperaturas, se muestran en la Figura 42, Figura 43 y Figura 44.



**Figura 42:** Curva F-LVDT de los ensayos de tenacidad a fractura para distintas temperaturas de Ti HDH.



**Figura 43:** Curva F-LVDT de los ensayos de tenacidad a fractura para distintas temperaturas de Ti-3-2,5.



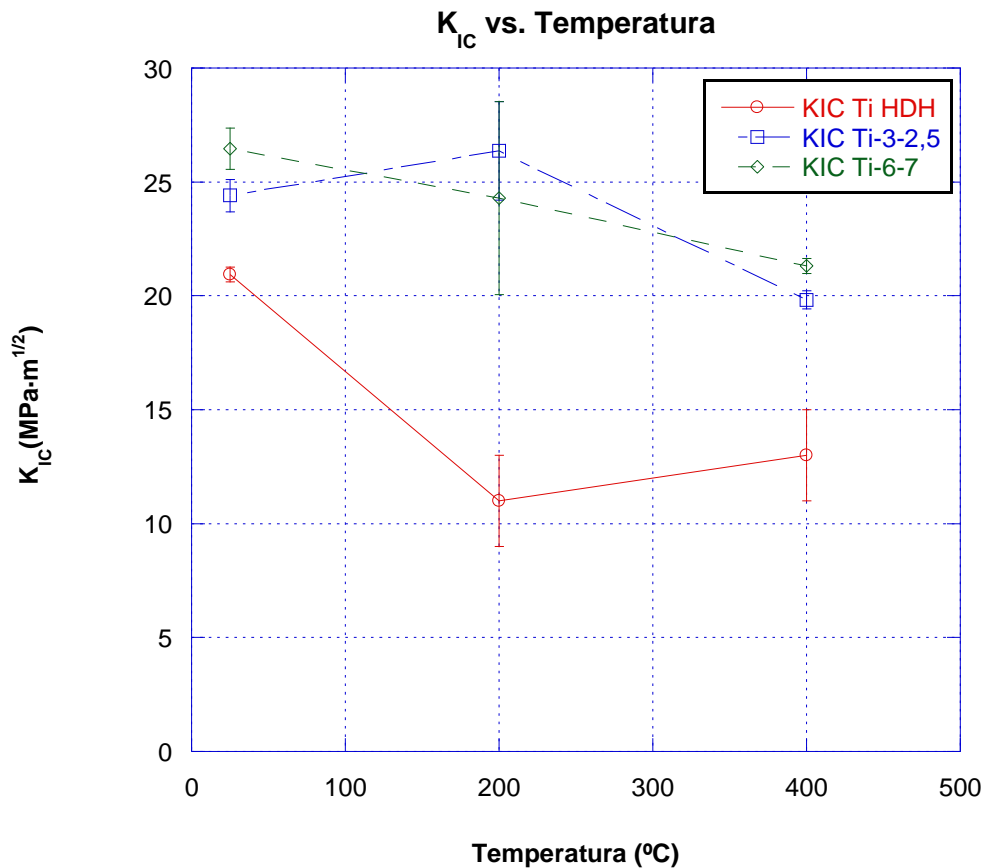
**Figura 44:** Curva F-LVDT de los ensayos de tenacidad a fractura para la aleación Ti-6-7 a diferentes temperaturas.

En la Figura 43 no se representa la curva  $F-\delta$  a 25 °C del Ti-3-2,5 porque cuando se hicieron los ensayos el dispositivo que medía la deformación lineal no estaba operativo.

Un estudio más exacto de la tenacidad a fractura se realiza calculando  $K_{IC}$  como se muestra en la ecuación de la página 34. Se debe tener en cuenta que al aumentar la temperatura de ensayo se observó deformación plástica macroscópica por lo que los valores calculados podrían considerarse valores de “tenacidad aparente” (valor de tenacidad obtenida al aplicar el valor de la carga máxima a la ecuación de la página 34) y sólo dan una idea de su evolución con la temperatura. Estos valores se muestran en la Tabla 11 y se representan en la Figura 45.

**Tabla 11: Valores de tenacidad de fractura a diferentes temperaturas para las aleaciones**

T (°C)	Ti HDH (MPa·m <sup>1/2</sup> )	Ti-3-2,5 (MPa·m <sup>1/2</sup> )	Ti-6-7 (MPa·m <sup>1/2</sup> )
25	20,90±0,3	24,4±0,7	26,5±0,9
200	11±2	26±2	24±4
400	13±2	19,8±0,4	21,3±0,3



**Figura 45: Evolución de la tenacidad a fractura con la temperatura para las diferentes aleaciones.**

De la Figura 45 no se observa un comportamiento uniforme en los tres materiales. En el Ti-6-7 se aprecia que, a medida que aumenta la temperatura, la tenacidad a fractura disminuye. Por el contrario, el Ti-3-2,5 aumenta la tenacidad a fractura cuando la temperatura aumenta de 25 °C a 200 °C, para luego bajar cuando el ensayo se ejecuta a 400 °C. El titanio de referencia tiene una tenacidad a fractura menor a 200 °C que a 25 °C y a 400 °C.

Una vez más, el titanio de referencia es el material que menor tenacidad a fractura presenta a todas las temperaturas a las que se ha realizado la caracterización.

## 4.5 Análisis micrográfico

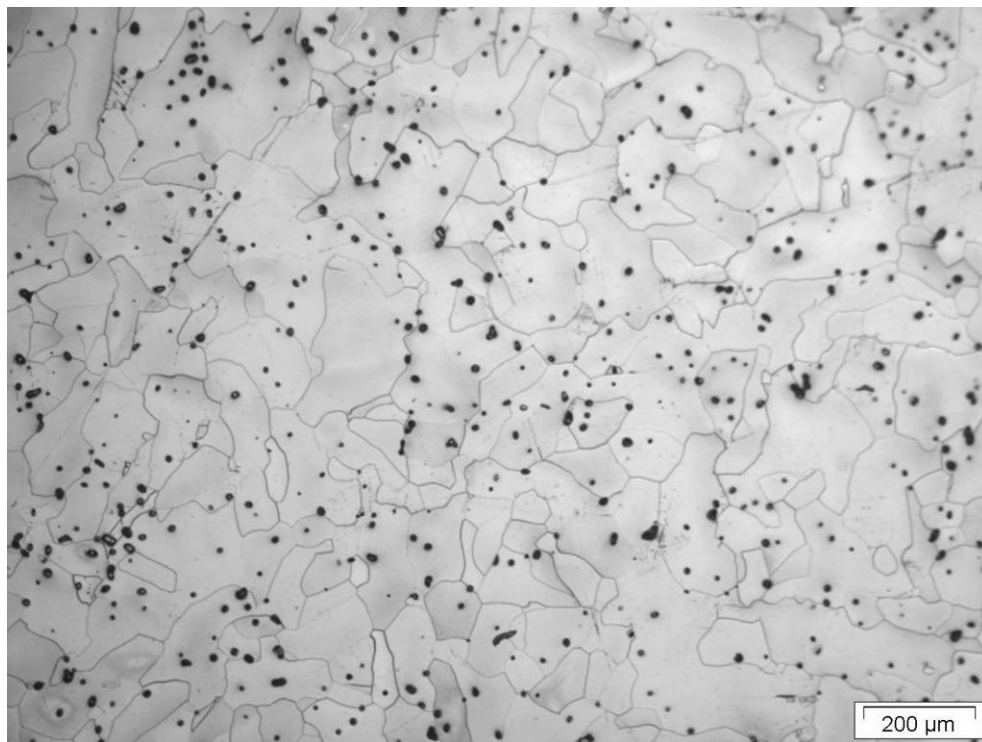
En este apartado se analiza la microestructura de las aleaciones a estudio con el fin de determinar las fases presentes en comparación con el material de referencia.

Las muestras se montaron en resina epoxi con el fin de observar la sección perpendicular a la superficie de fractura y que contiene la dirección de aplicación de la carga.

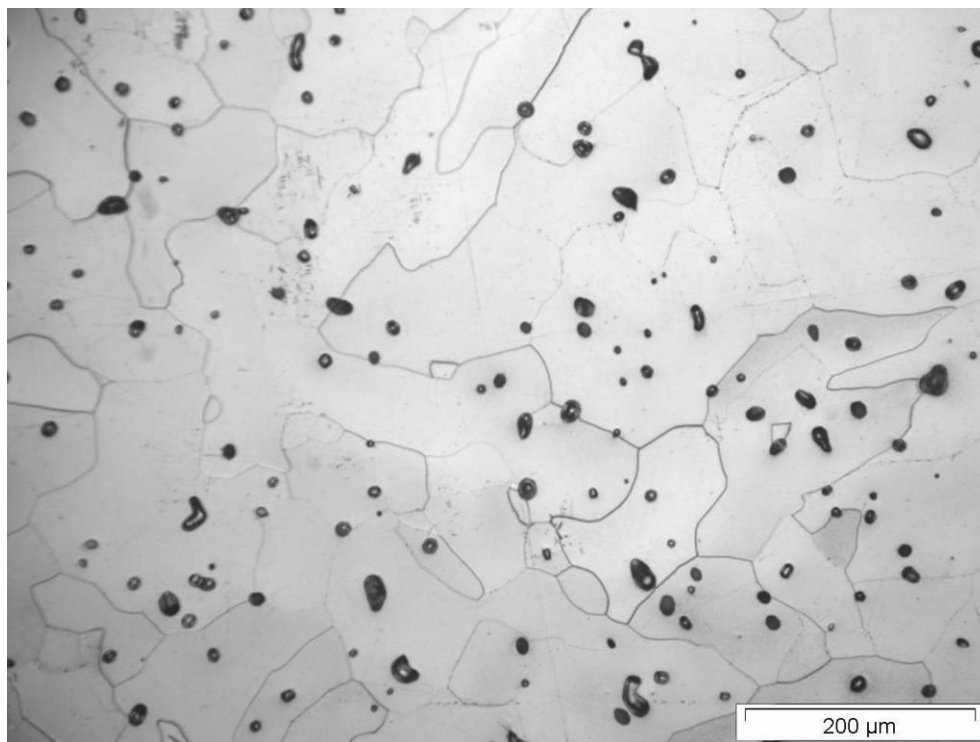
Las probetas se examinaron por microscopía óptica en el departamento de materiales de la Universidad Carlos III de Madrid.

### 4.5.1 Material Ti HDH

A continuación se muestran dos fotografías de la micrografía del titanio comercialmente puro sometido a un prensado y un posterior sinterizado durante dos horas a 1250 °C.



**Figura 46:** Microestructura del material Ti HDH sinterizado. Microscopía óptica, Ataque Kroll.



**Figura 47: Detalle de la microestructura del material Ti HDH sinterizado. Microscopía óptica, Ataque Kroll.**

Como se puede apreciar en las dos fotografías, el material está compuesto por una sola fase, que se puede identificar como fase alfa. Pese a haber estado sometida a temperaturas superiores a la temperatura de transición, 882°C, el enfriamiento después de sinterizar es suficientemente lento (5 °C/min) como para que ocurra la transformación beta-alfa completa. Además, el material no tiene en su composición elementos betágenos y sin embargo puede contener contaminación por oxígeno de la atmósfera, que es estabilizador de la fase alfa. La forma de los granos es la típica de la fase alfa. .

Cabe destacar también la presencia de porosidad residual, propia del proceso pulvimetalúrgico.

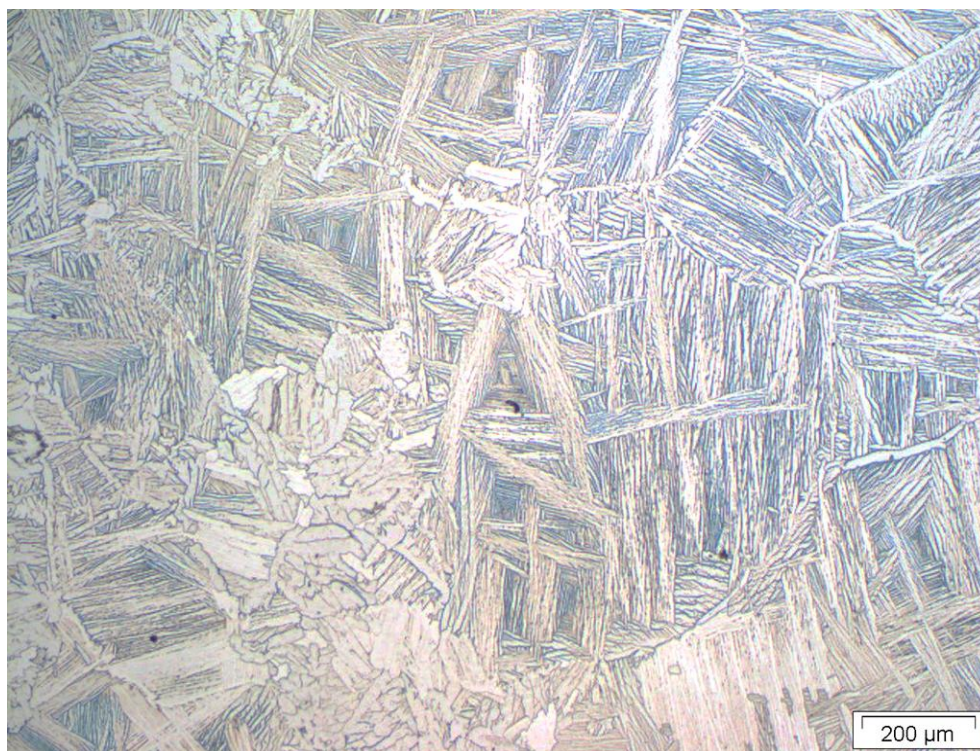
#### **4.5.2 Material Ti-3-2,5**

Las mismas probetas utilizadas para medir dureza se utilizaron, previo desbaste y pulido después de medir dureza, para analizar su microestructura. Estas muestras fueron fotografiadas en zonas centrales de la probeta.

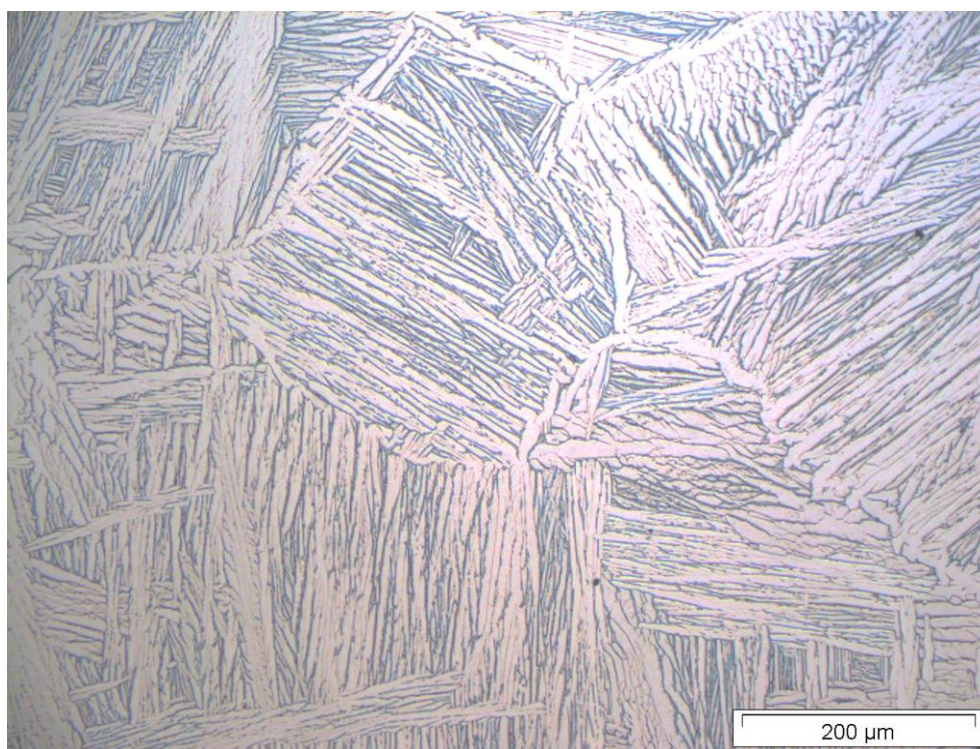
En la Figura 48 se pueden observar granos de alfa dispersos y también en los bordes de los primitivos granos de beta, rodeando colonias de  $\alpha+\beta$ . La fase beta se encuentra en los bordes de las láminas de alfa que crecen desde los bordes de grano, dando lugar a una estructura en forma de cesta, muy similar a las observadas en aleaciones  $\alpha+\beta$ , pese a que la aleación Ti-3-2,5 pertenece al grupo de las aleaciones cuasi alfa.

Observando a más aumentos la morfología de la microestructura (Figura 41), el crecimiento de las agujas de alfa desde el borde de grano dejando entre ellas beta residual y dando lugar a las colonias de  $\alpha+\beta$ ,





**Figura 48: Micrografía de la aleación Ti-3-2,5 sinterizada y tratada por HIP. Microscopía óptica, Ataque Kroll.**



**Figura 49: Detalle de la microestructura de la aleación Ti-3-2,5 sinterizada y tratada por HIP. Microscopía óptica, Ataque Kroll.**

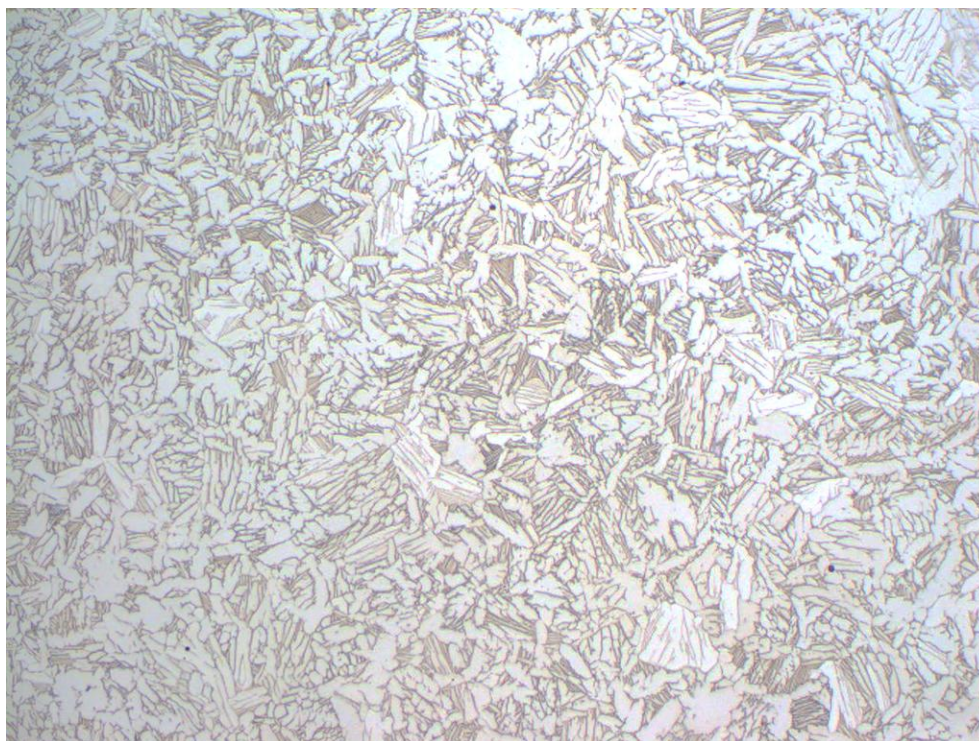


En todas las fotos que se obtuvieron de la aleación apenas se apreciaron poros. Esto hace que los materiales tengan una mejor vida en servicio puesto que se eliminan puntos de concentración de tensiones que pueden ser inicio de grietas. Esta eliminación de la porosidad residual puede ser debida en gran parte al proceso de prensado isostático en caliente (HIP) al que se sometió la muestra después de sinterizar. Es evidente la diferencia de porosidad tanto en cantidad de poros como en tamaño de poro que se aprecia entre las fotografías de esta aleación y las del titanio comercialmente puro.

### 4.5.3 Material Ti-6-7

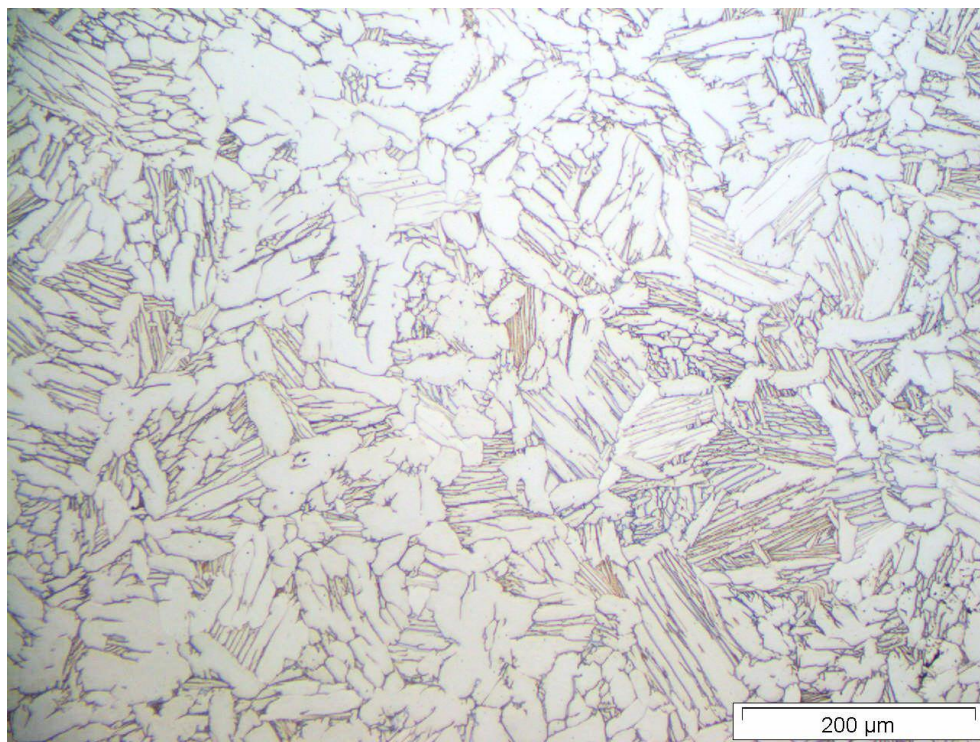
En la Figura 50 se observa la microestructura del material Ti-6-7 ensayado. Se aprecia que está compuesto por granos de alfa (contraste claro) y colonias de  $\alpha+\beta$  formadas de la misma forma que se ha descrito anteriormente. En la Figura 43 se observa con más detalle estas colonias, y se puede apreciar que su tamaño es inferior al de las colonias de la aleación Ti32.

También se puede afirmar que la porosidad residual en la aleación Ti-6-7 es muy escasa, probablemente, al igual que en la aleación Ti32, por haber sido sometida a un post-procesamiento por HIP.



**Figura 50: Microestructura de la aleación Ti-6-7 sinterizada y tratada por HIP. Microscopía óptica, Ataque Kroll.**





**Figura 51: Detalle de la microestructura de la aleación Ti-6-7 sinterizada y tratada por HIP. Microscopía óptica, Ataque Kroll.**

Pese a que esta aleación tiene más elementos betágenos y que está clasificada como una aleación  $\alpha+\beta$ , parece observarse mayor cantidad de fase alfa que en la aleación Ti32. Este fenómeno es debido al tratamiento que ha sufrido por HIP. La aleación, tras ser sinterizada, se sometió a un HIP a 1000 °C y dado que la temperatura de transición de fase alfa a fase beta de la aleación Ti-6-7 es 1010 °C, la temperatura de tratamiento se encuentra en la región  $\alpha+\beta$  del diagrama de fases. Al permanecer a esta temperatura durante 2 h, se forma una estructura de granos de  $\alpha$  y de  $\beta$ , y estos últimos se transforman en colonias de  $\alpha+\beta$  durante el enfriamiento.

## 4.6 Análisis fractográfico

Tras limpiar las muestras que se habían ensayado en tenacidad a fractura, éstas se montaron directamente en el portamuestras del microscopio electrónico de barrido (SEM) sin requerir metalizado ya que poseían una suficiente conductividad eléctrica. Se tomaron diferentes fotografías a diferentes aumentos según las zonas a estudio.

Las roturas se pueden clasificar a escala de tamaño de grano en dos grandes bloques:

- **Transgranular:** es la rotura que se produce atravesando los granos cristalográficos y puede producirse por diferentes razones: coalescencia de microvacíos, descohesión a lo largo de planos de deslizamiento (clivaje), pseudodescohesión, desgarro semifrágil o fatiga.

- ***Intergranular:*** es la rotura que se propaga a través de los bordes de grano de la estructura. Se puede producir por separación de las caras de los granos por efecto mecánico o por separación de las caras de los granos por efecto mecánico combinado con otro factor. Estas roturas intergranulares pueden indicar que hay debilidad en el límite de grano por algún factor intrínseco del material, aunque determinados tipos de sollicitaciones propician este tipo de rotura.

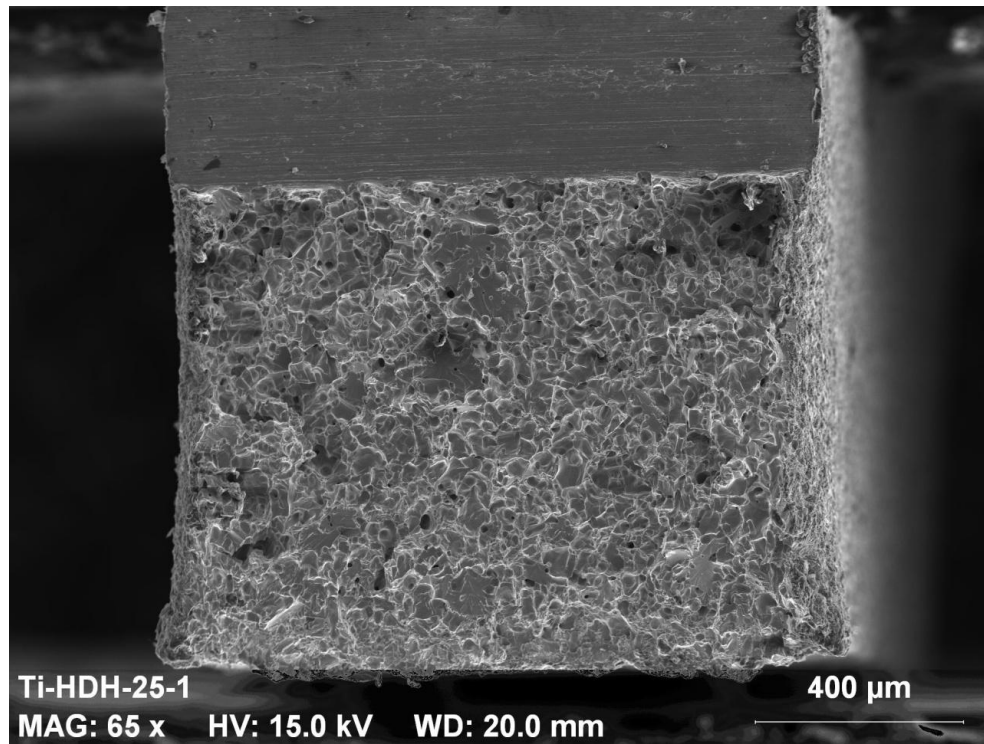
Las roturas de tenacidad a fractura de todas las muestras para todas las temperaturas son dúctiles según se deduce del estudio de las curvas F-LVDT del apartado anterior. Sin embargo, en los ensayos de resistencia a flexión solo se rompieron las probetas cuando se ensayaron a temperatura ambiente mientras que las que se ensayaron a 200 °C y 400 °C se doblaron sin llegar a romperse.

A continuación se muestran las imágenes obtenidas de las superficies de fractura de los tres materiales estudiados a cada una de las temperaturas seleccionadas para los ensayos (25, 200 y 400 °C).

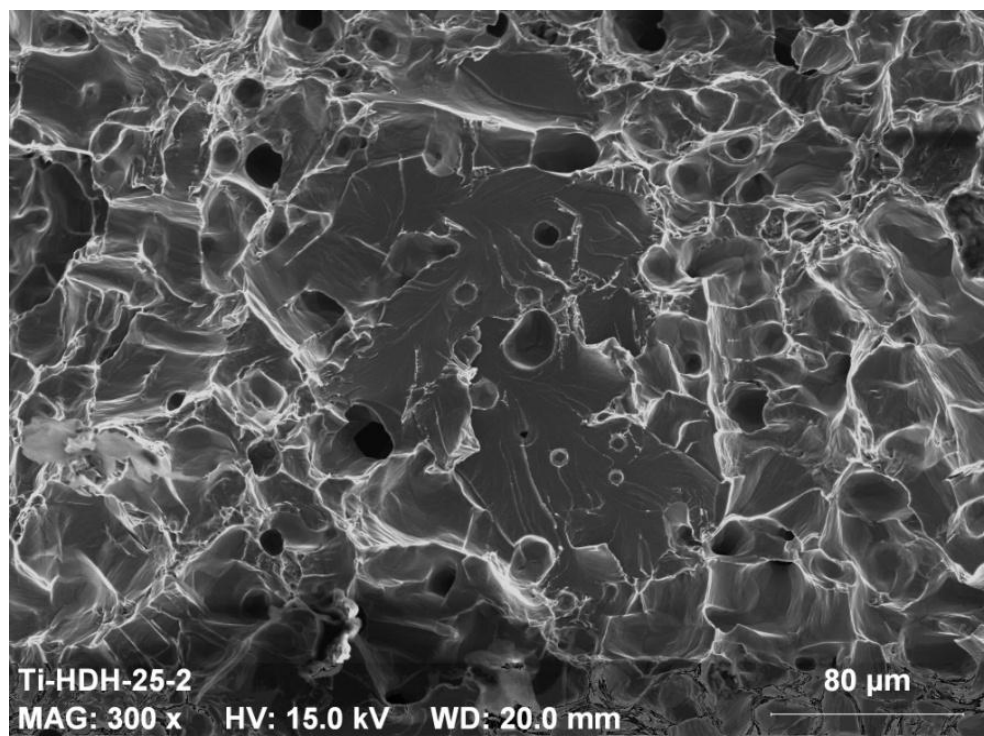
#### **4.6.1 Ti HDH**

- **Fractografía a 25 °C**

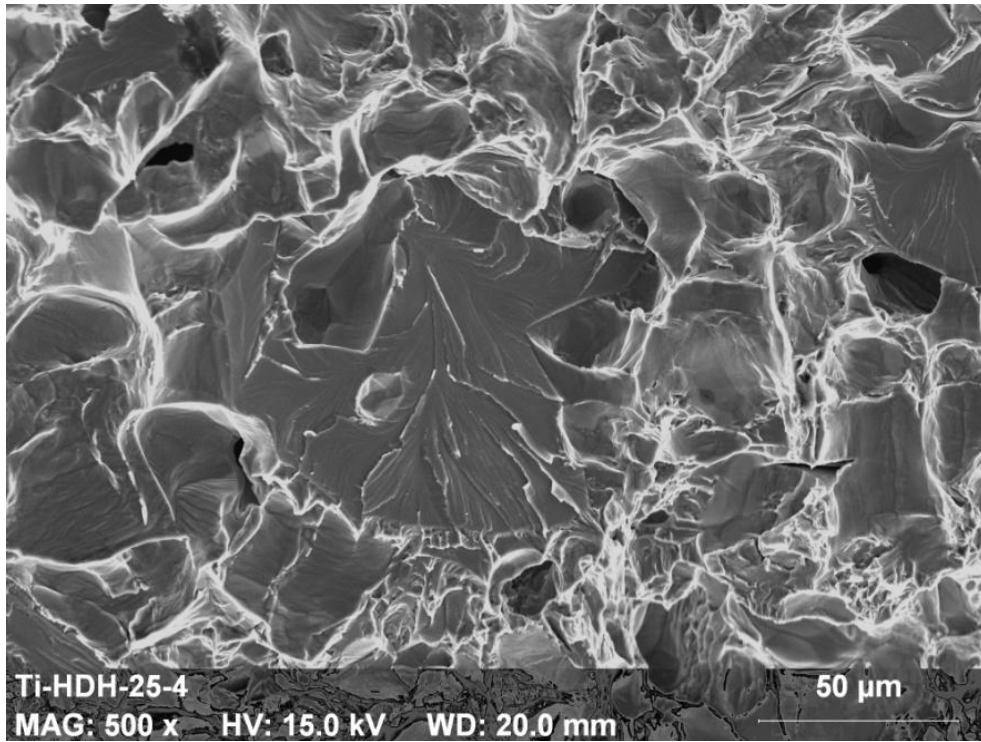
En la Figura 52 se aprecia una vista general del plano de corte. Si observamos la superficie de rotura a más aumentos (Figura 53 y Figura 54) podemos ver que predominan los planos rectos correspondientes a zonas de rotura frágil transgranular o clivaje aunque también existen algunas zonas de rotura dúctil que se identifican por los hoyuelos. En las tres figuras se ven poros repartidos por toda la superficie.



**Figura 52:** Vista general de la sección de corte de probeta de Ti HDH ensayada a 25 °C. Microscopía electrónica.



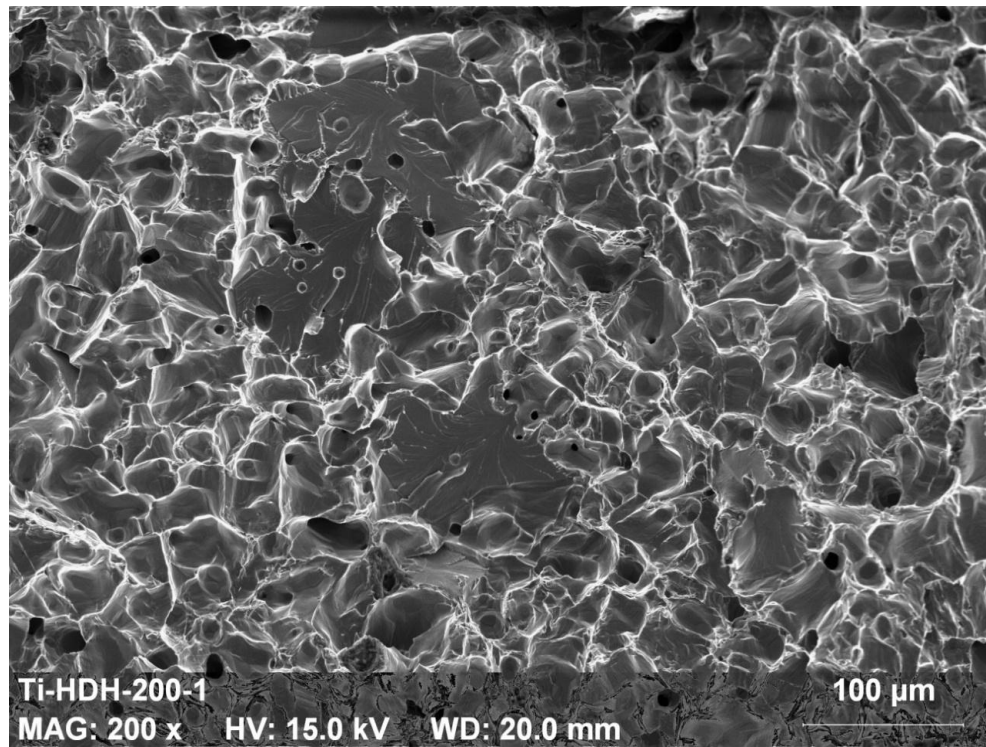
**Figura 53:** Fractografía del Ti HDH ensayado a 25 °C. Microscopía electrónica.



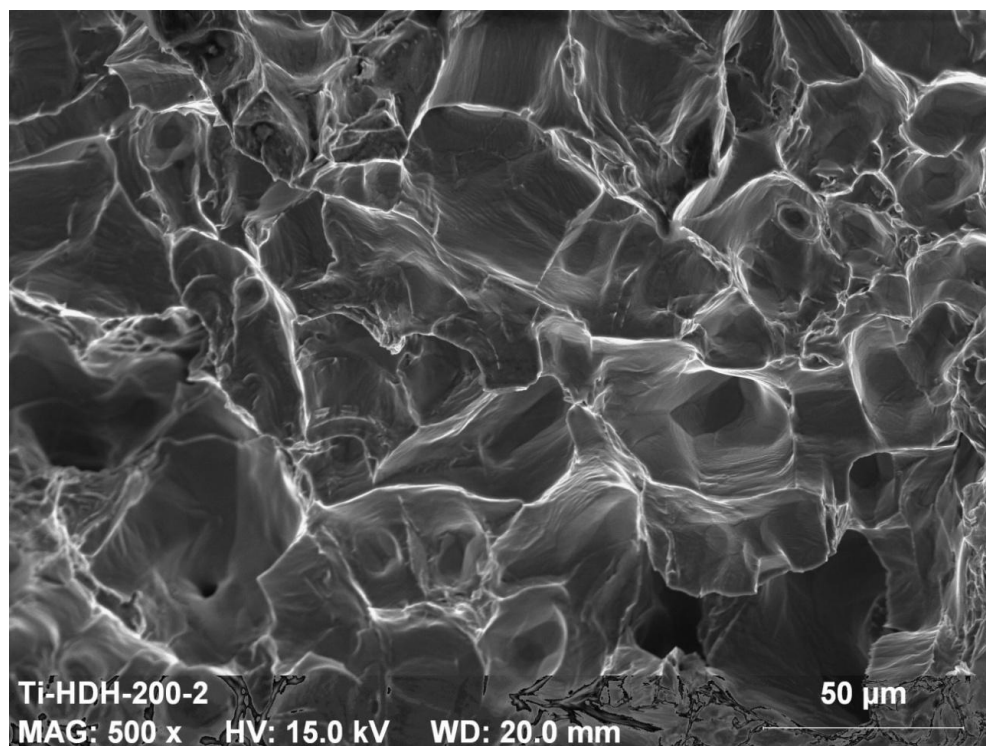
**Figura 54: Fractografía de Ti HDH a 500 aumentos ensayada a 25 °C. Microscopía electrónica.**

- **Fractografía a 200 °C**

En la Figura 55 y Figura 56 se observan los detalles de la superficie de rotura del titanio de referencia ensayado a 200 °C. En estas imágenes ya se observa que, pese a haber planos de clivaje correspondientes con zonas de rotura frágil, lo que predomina son zonas de hoyuelos que indican que la rotura del material ha sido principalmente dúctil. En ambas fotos se aprecia la presencia homogénea de poros.



**Figura 55: Fractografía del Ti HDH ensayado a 200 °C. Microscopía electrónica.**



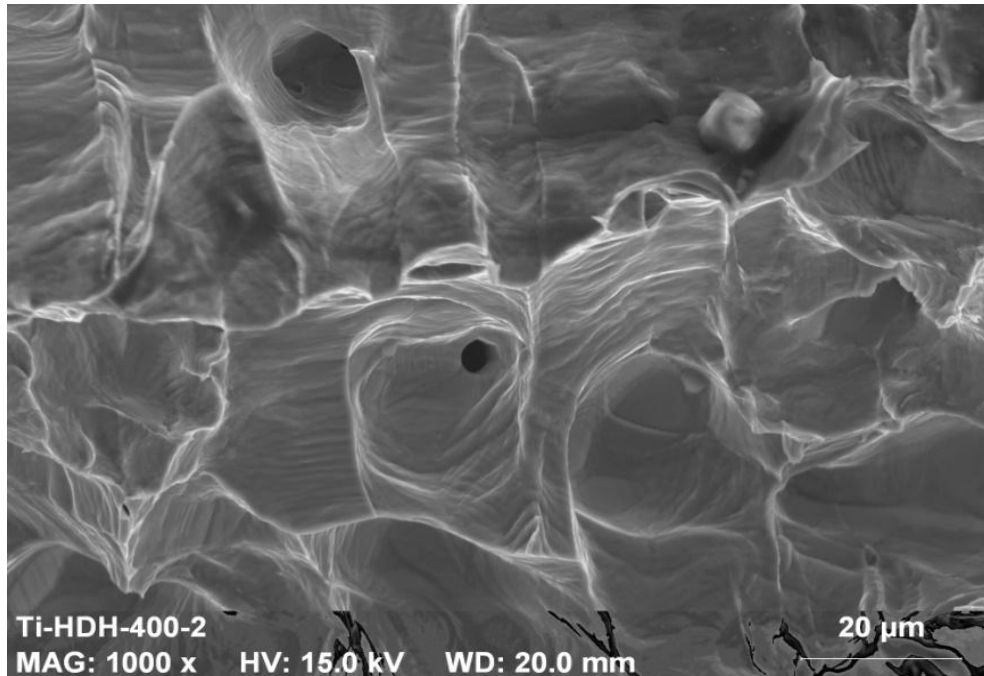
**Figura 56: Fractografía del Ti HDH ensayado a 200 °C. Microscopía electrónica.**



- **Fractografía a 400 °C**

Las fractografías del titanio HDH ensayado a 400 °C indican que la rotura de este material fue totalmente dúctil. Las Figura 57, Figura 58 y Figura 59 muestran los hoyuelos característicos de una rotura dúctil e incluso se observan líneas de deformación alrededor de los hoyuelos.

Esta apariencia de las tres roturas concuerda con los resultados obtenidos en los ensayos donde a medida que se aumentaba la temperatura los materiales se deformaban más antes de romper.



**Figura 57: Fractografía de Ti HDH ensayado a 400 °C a 1000 aumentos. Microscopía electrónica.**

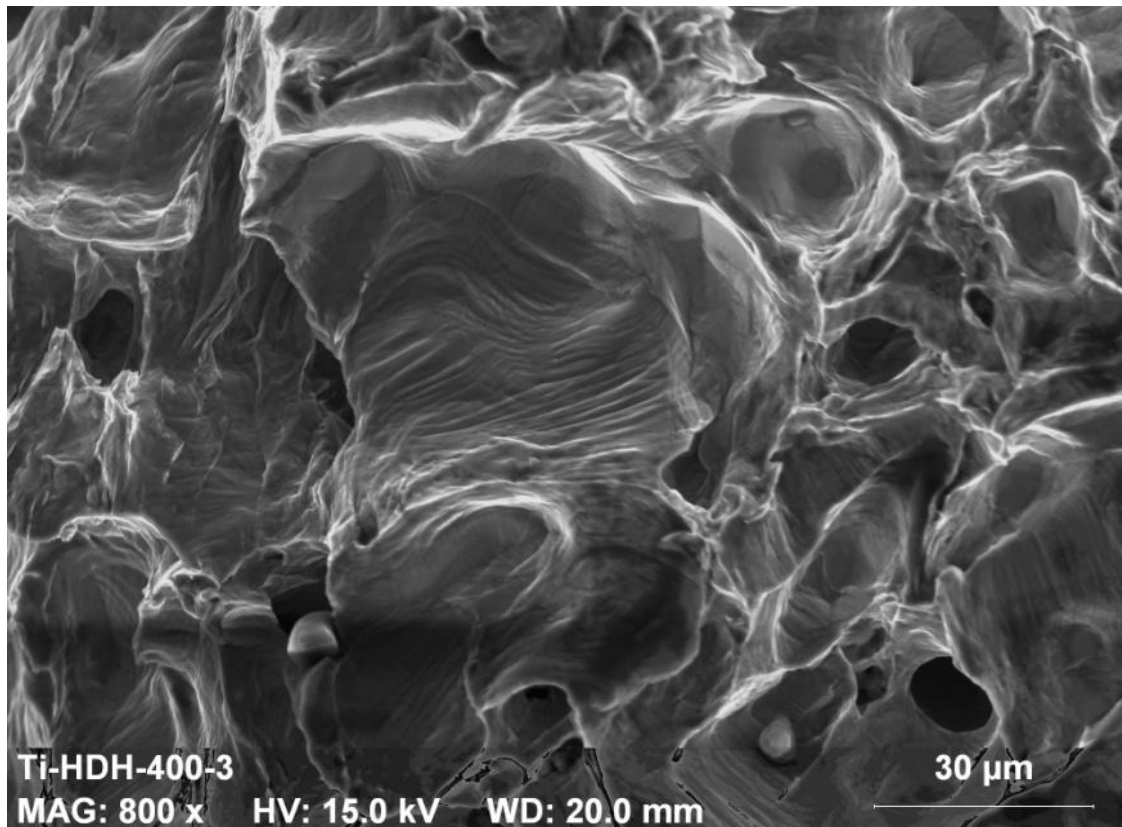


Figura 59: Superficie de fractura del Ti HDH ensayado a 400°C a 800 aumentos. Microscopía electrónica.

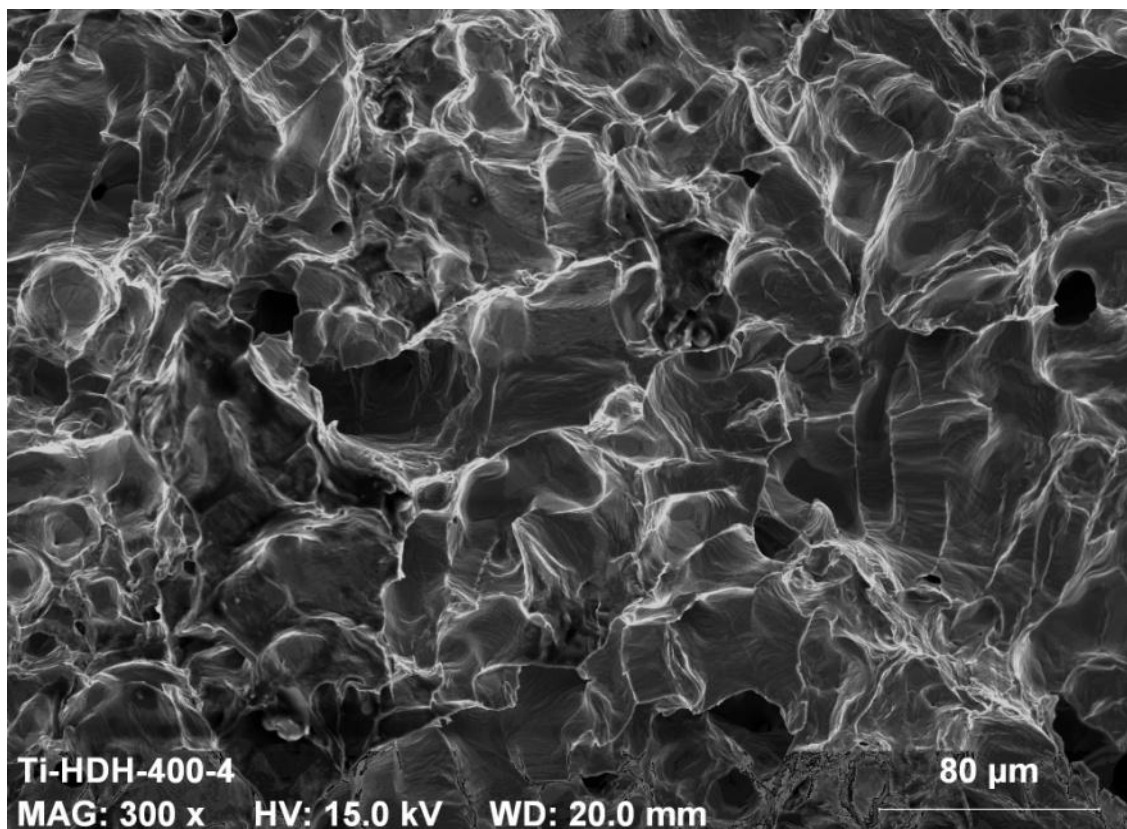


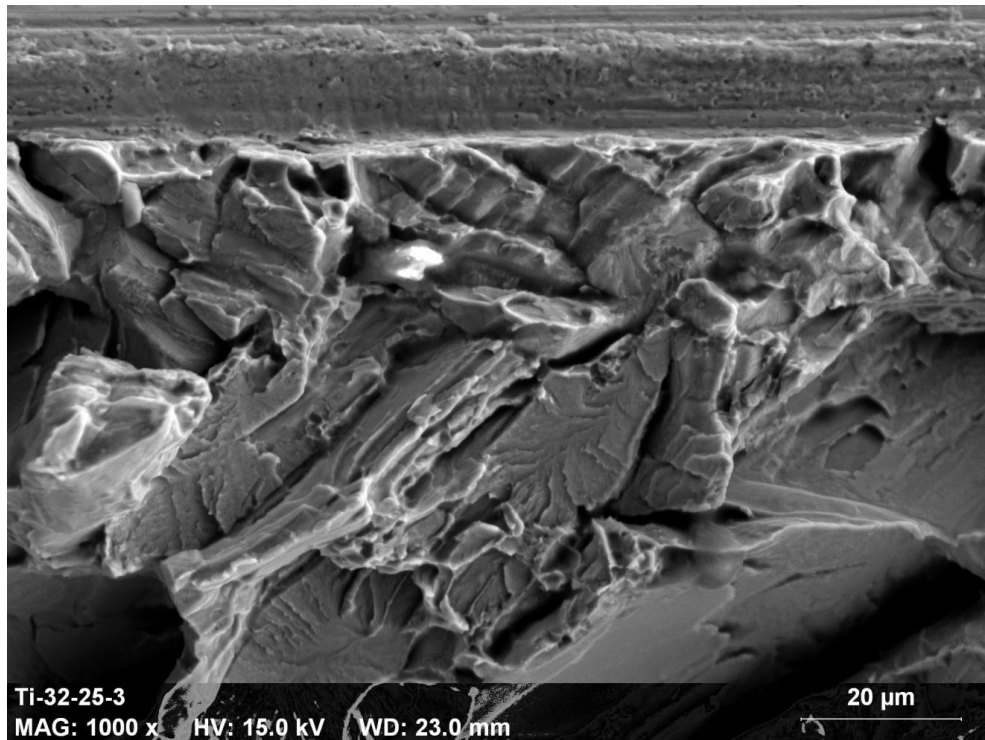
Figura 58: Fractografía de Ti HDH ensayado a 400°C a 300 aumentos. Microscopía electrónica.

#### 4.6.2 Ti-3-2,5

- **Fractografía a 25 °C**

En la parte superior de la Figura 60 y la Figura 62 se observa la entalla mecanizada en la probeta antes de ser ensayada. Se ve también que el plano de fractura es perpendicular a las tensiones de tracción máximas de la probeta.

El mecanismo de rotura es principalmente frágil ya que se observan aquí también los planos de clivaje. Estos planos de clivaje pueden coincidir con las colonias de alfa y beta de gran tamaño que se aprecian en el estudio micrográfico.



**Figura 60:** Superficie de fractura de Ti-3-2,5 ensayado a 25 °C. Microscopía electrónica.



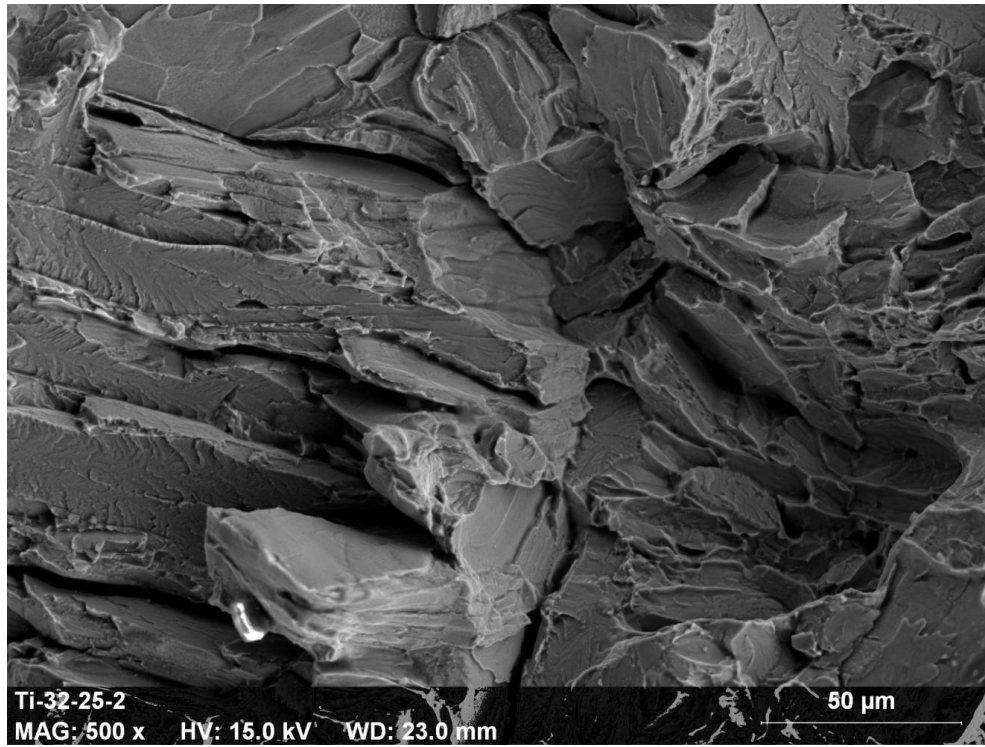


Figura 61: Fractografía de Ti-3-2,5 ensayado a 25 °C a 500 aumentos. Microscopía electrónica.

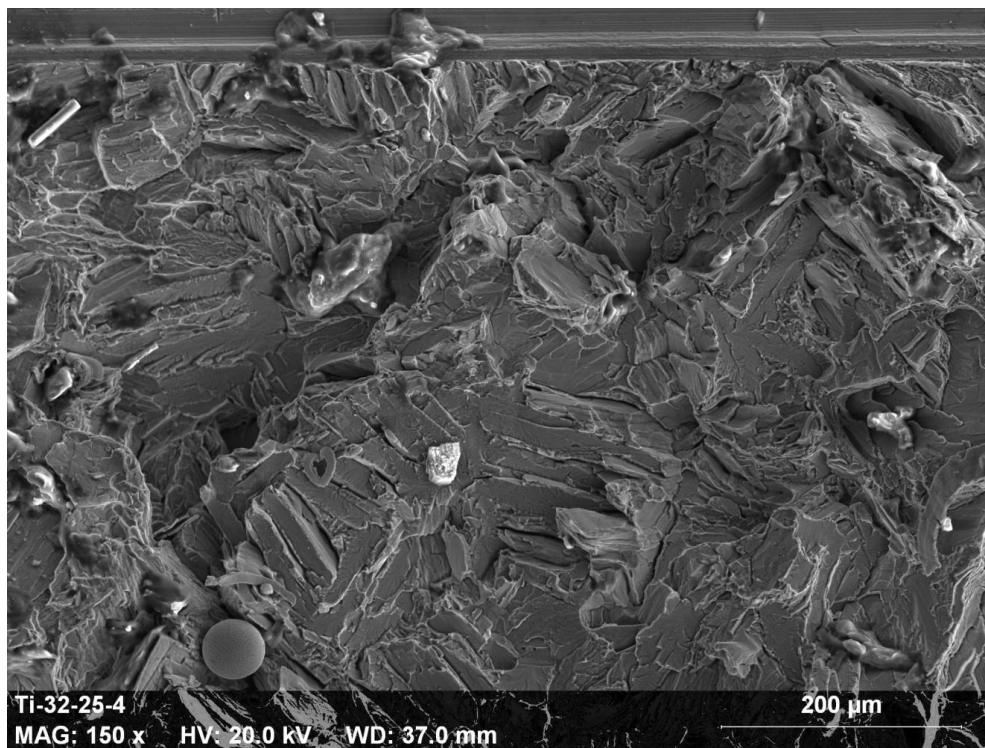


Figura 62: Fractografía de Ti-3-2,5 ensayado a 25 °C a 150 aumentos. Microscopía electrónica.

- **Fractografía a 200 °C**

Al aumentar la temperatura de ensayo, parece observarse una mayor cantidad de microvacíos que indica que la rotura se ha producido mediante un mecanismo dúctil. La Figura 63 muestra una visión global de la superficie de rotura. En ella se aprecia que la zona central de la probeta ha sufrido una rotura frágil, sin embargo, en los bordes de la probeta se ve una mayor deformación. Este resultado hace pensar que la grieta ha empezado a formarse desde los bordes con un mecanismo dúctil de rotura y a medida que la sección resistente ha ido disminuyendo la rotura ha sido frágil. En las Figura 64 y Figura 65 se observan diferentes detalles de la superficie de rotura. Este razonamiento concuerda con el comportamiento macroscópico que se observó al ensayar las probetas, donde las probetas ensayadas a 200 °C tuvieron una gran deformación sin llegar a romper por completo, quedando unidas ambas mitades de la probeta por la zona más cercana a la arista inferior.

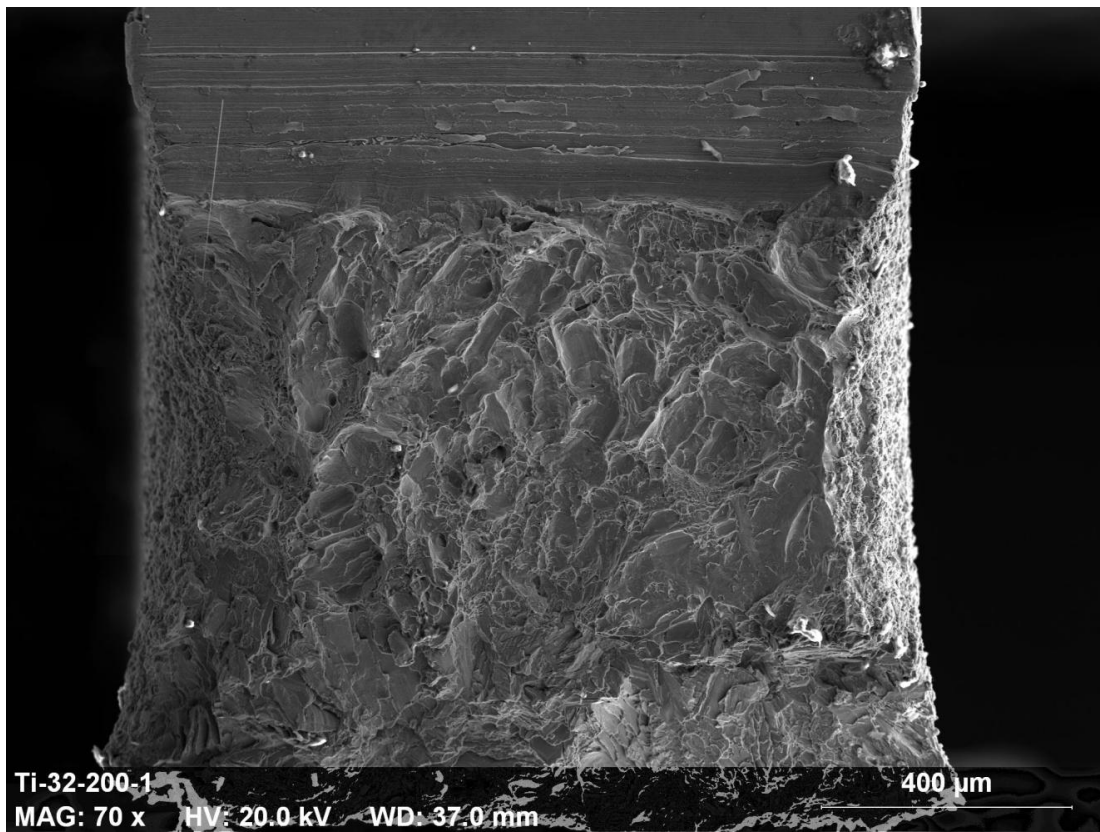


Figura 63: Vista general de la superficie de fractura de Ti-3-2,5 ensayado a 200 °C. Microscopía electrónica.

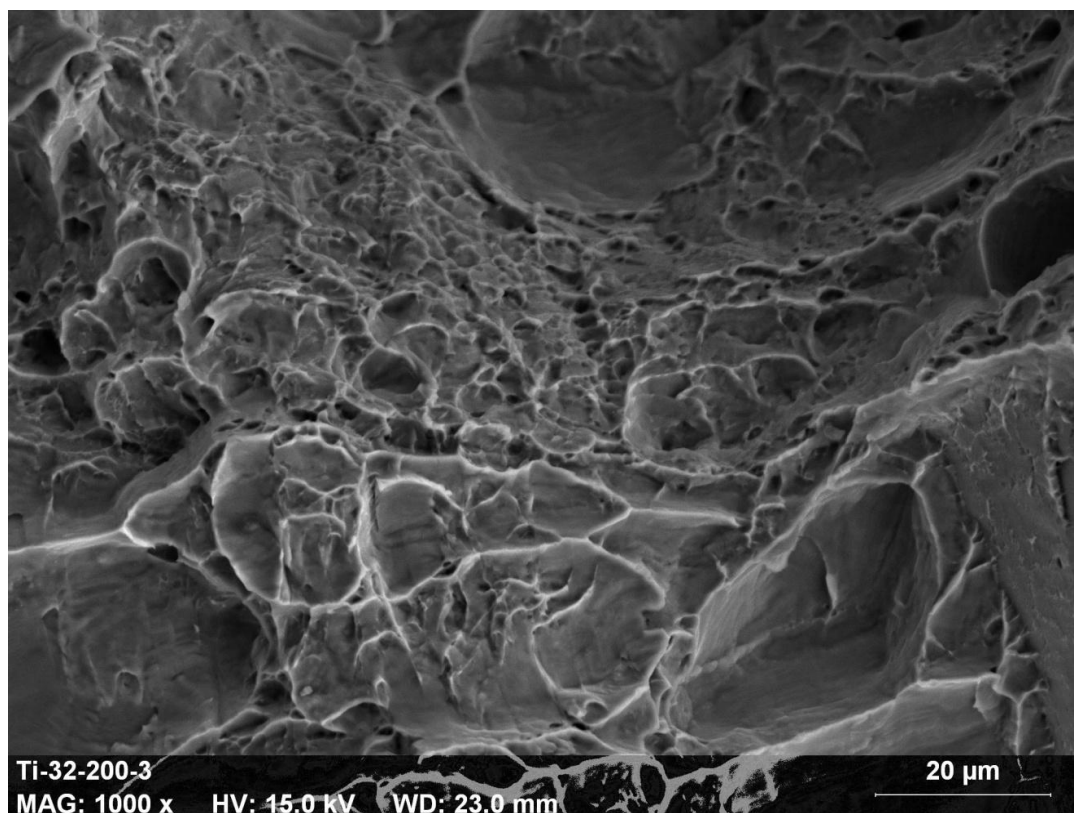


Figura 64: Detalle de la superficie de fractura de Ti-3-2,5 ensayado a 200 °C. Microscopía electrónica.

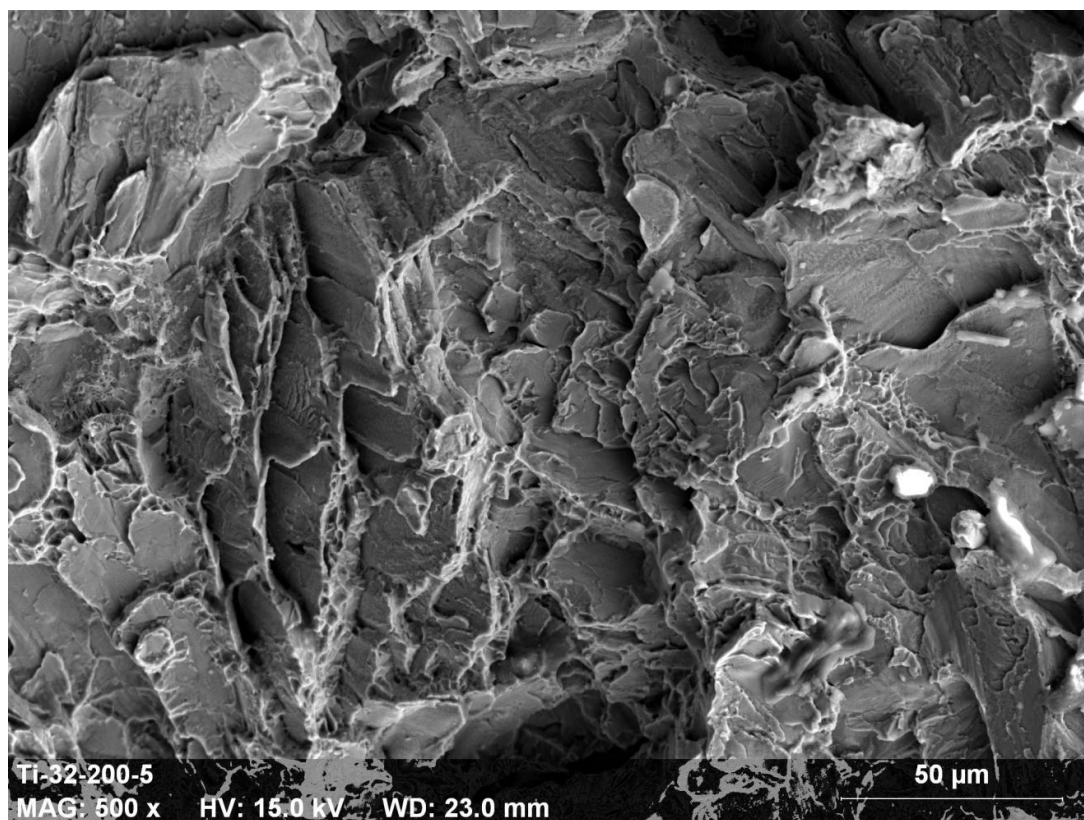


Figura 65: Fractografía de Ti-3-2,5 ensayado a 200 °C. Microscopía electrónica.

- **Fractografía a 400 °C**

En la Figura 66 se observa una vista general de la superficie de rotura del Ti-3-2,5 ensayado a 400 °C. En este caso también se observa que la probeta después de ser ensayada ha perdido su forma inicial, las aristas verticales de la probeta ya no son rectas sino que se han curvado. Esto indica que la grieta se ha propagado por el borde de la probeta y desde ahí ha ido hacia el centro de la probeta.

Las Figura 67 y Figura 68 se observa que el mecanismo de rotura en diferentes zonas de la probeta y en ambas se observa que la rotura es dúctil, con hoyuelos y deformaciones. Los hoyuelos son grandes y abarcan grandes zonas lo que hace pensar que esos hoyuelos corresponden con las grandes colonias que se ven en la microestructura.

La región inferior de la Figura 66 presenta un aspecto diferente, esto se debe a que esta probeta tampoco llegó romper por completo al terminar el ensayo. La zona inferior de esta probeta se rompió una vez finalizado el ensayo a mano para poder analizar el mecanismo de propagación de la rotura.

Las fractografías de este material en todas sus temperaturas de ensayo concuerdan con los resultados obtenidos en los ensayos mecánicos.

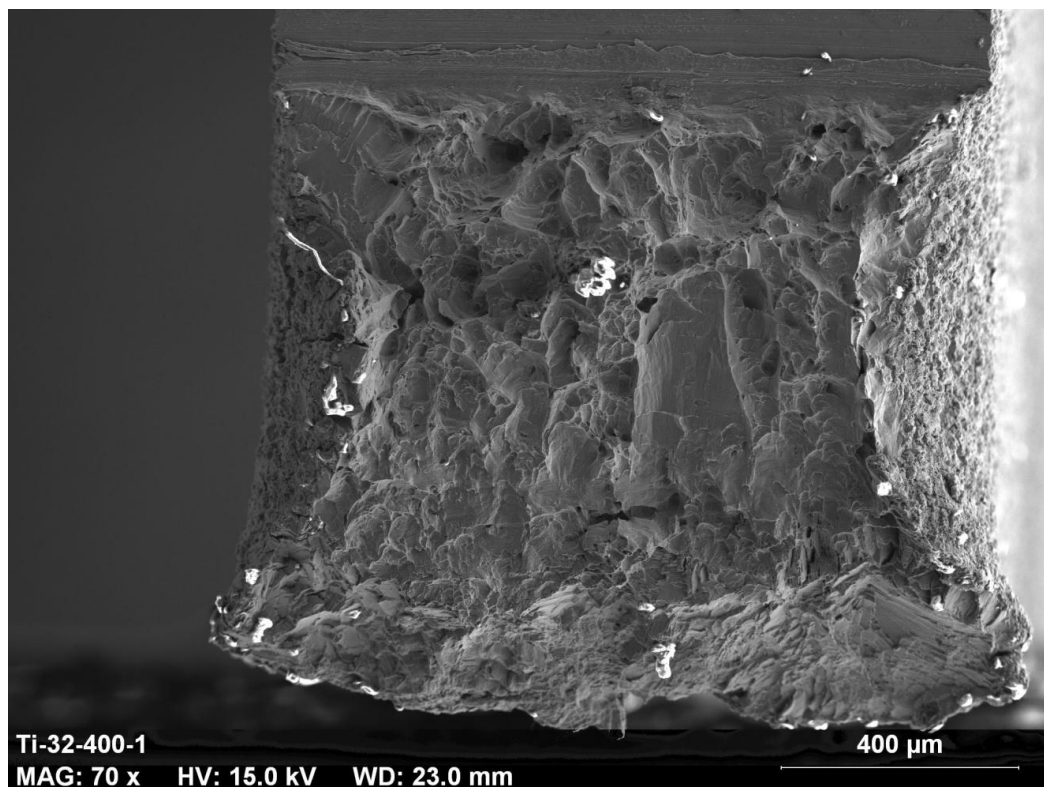


Figura 66: Vista general de la superficie de fractura de Ti-3-2,5 ensayado a 400 °C. Microscopía electrónica.

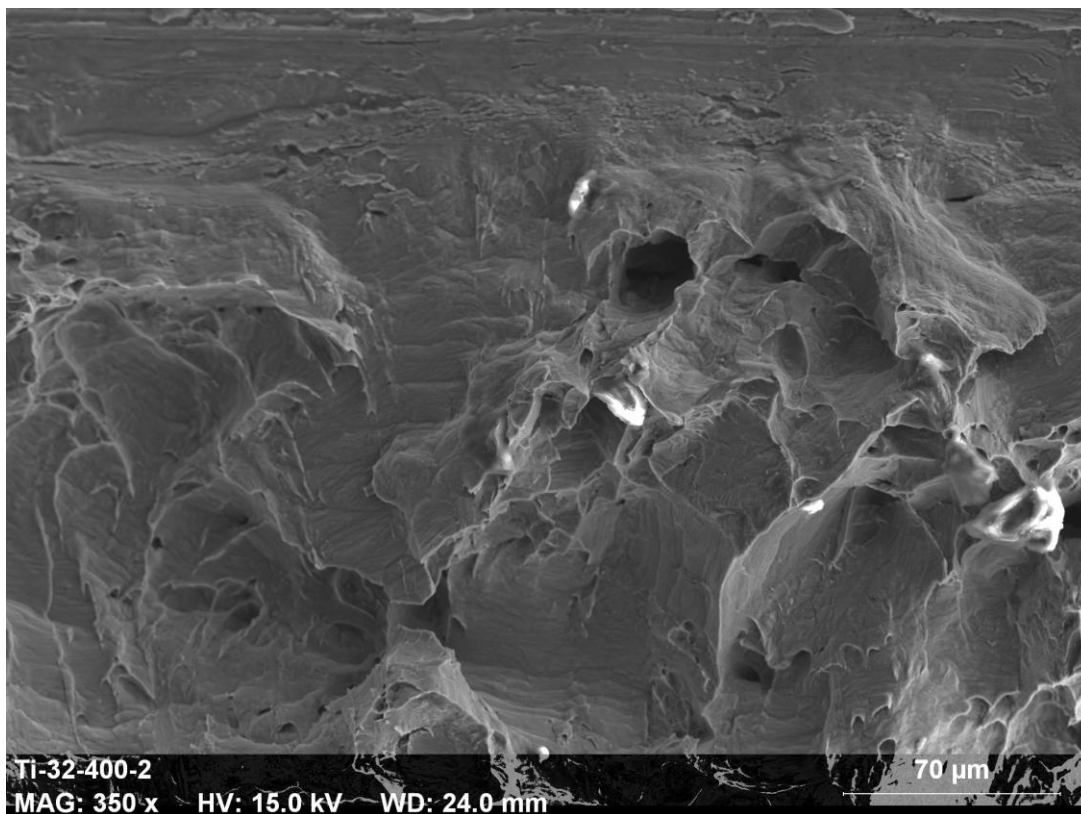


Figura 67: Superficie de rotura de Ti-3-2,5 ensayado a 400 °C. Microscopía electrónica.

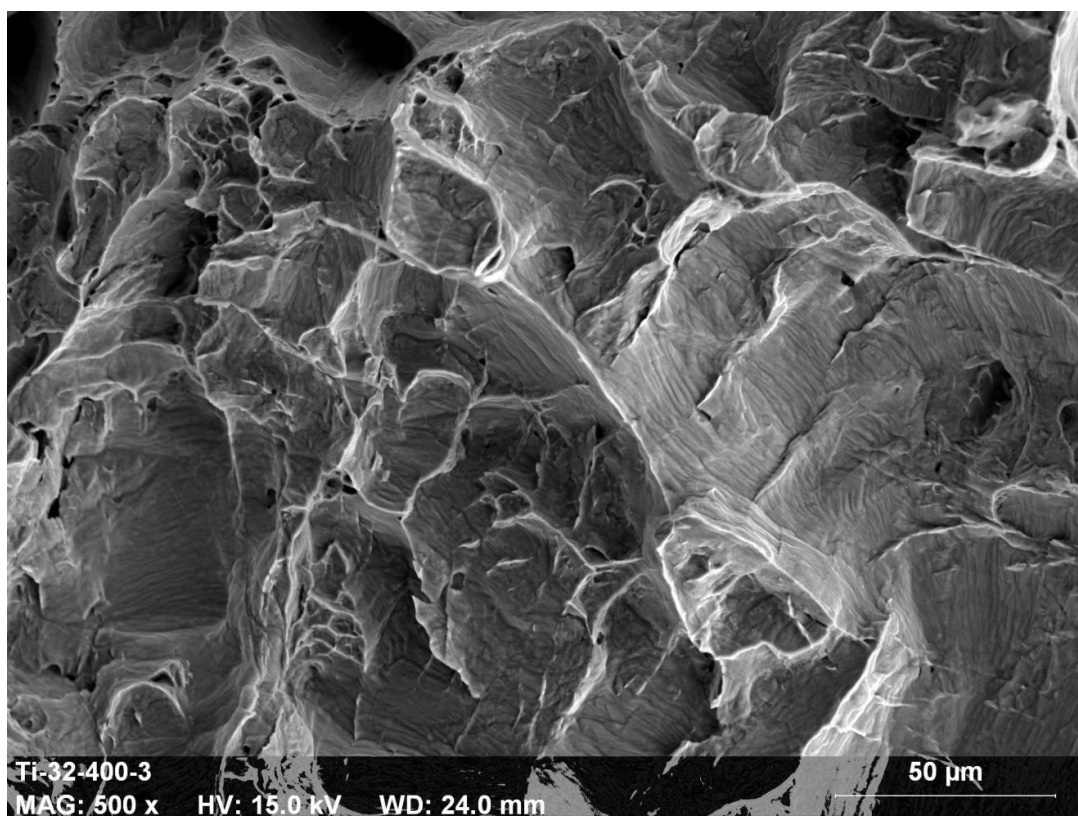


Figura 68: Detalle de la fractografía de Ti-3-2,5 ensayado a 400 °C.



### 4.6.3 Ti-6-7

- **Fractografía a 25 °C**

En la Figura 69 se muestra la vista general de la superficie de rotura de la probeta. Se observa que después del ensayo la sección de la muestra permanece con las aristas rectas y no ha sufrido ningún cambio su perímetro. En este material se observa también una rotura frágil a temperatura ambiente con planos de clivaje característicos de esta fractura. En las Figura 70 y Figura 71 se aprecian los planos de rotura de este material.

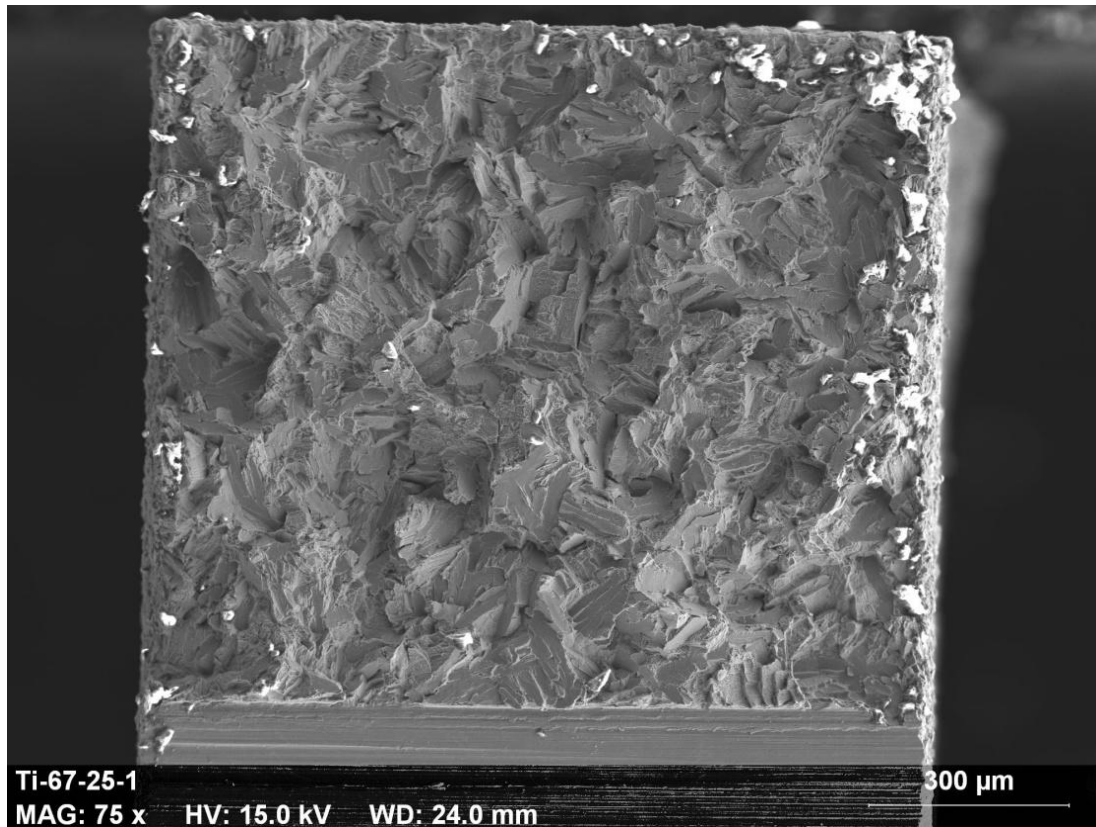


Figura 69: Vista general de la superficie de rotura de la aleación Ti-6-7 ensayada a 25 °C.

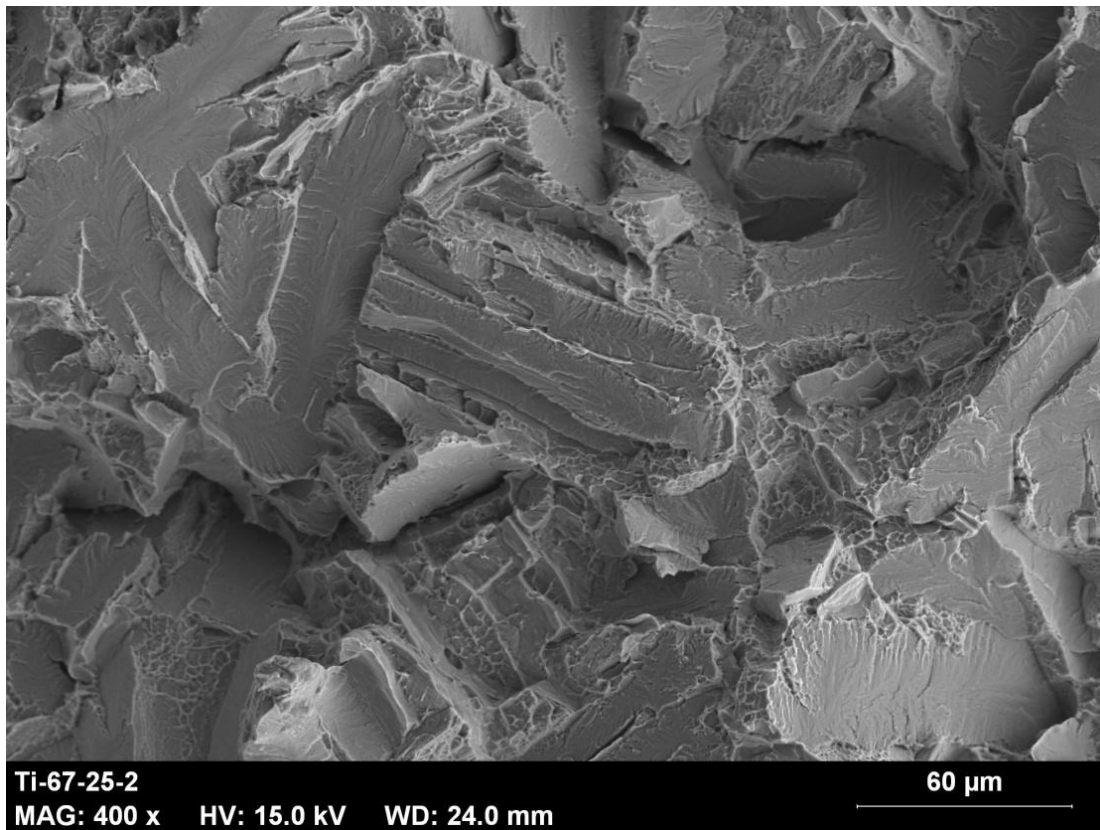


Figura 70: Detalle de la fractografía de Ti-6-7 ensayada a 25 °C.

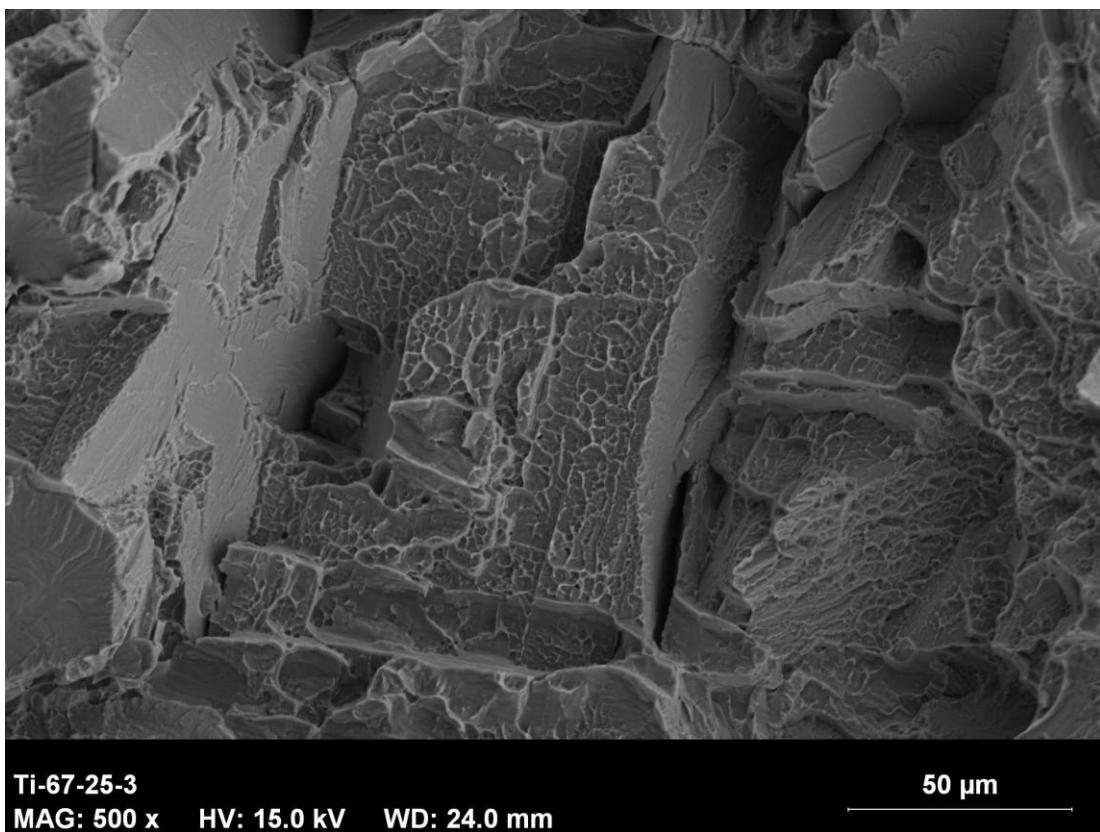
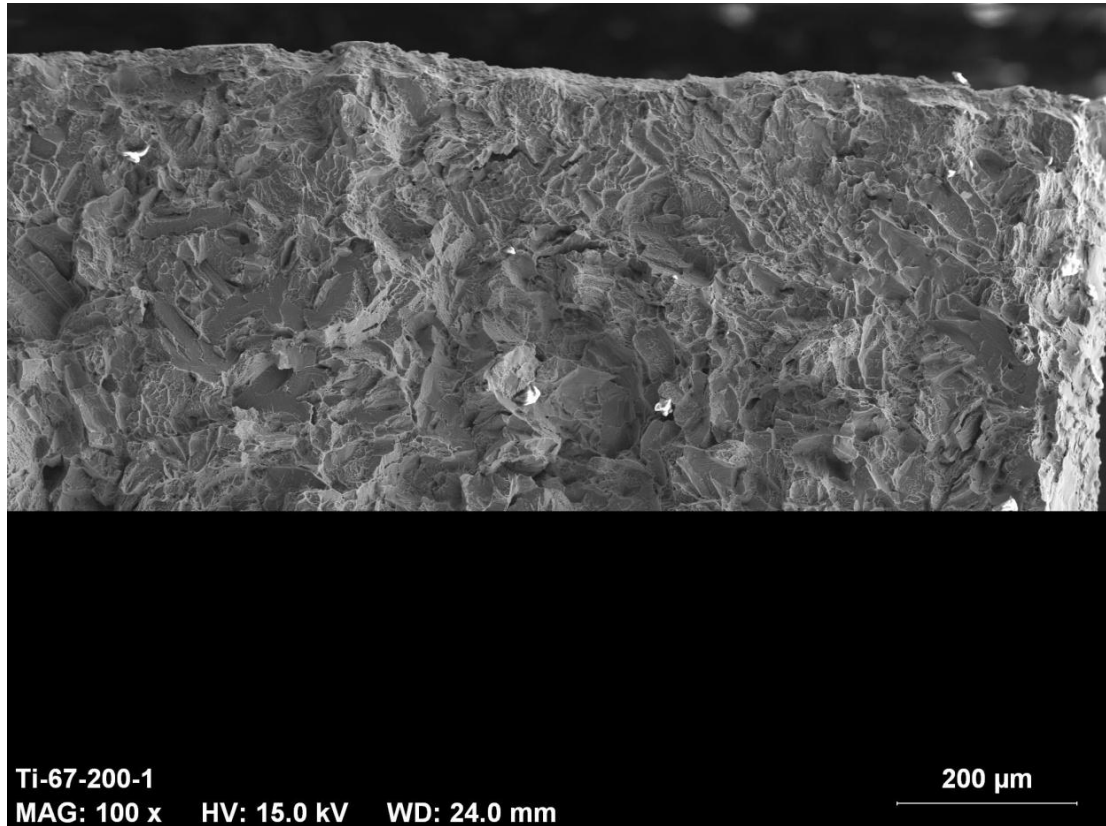


Figura 71: Detalle de fractografía de Ti-6-7 ensayada a 25 °C.

- **Fractografía a 200 °C**

La Figura 72 muestra una visión general de la superficie de rotura de la probeta de Ti-6-7 ensayada a 200 °C. En las Figura 73 y Figura 74 se ven zonas detalladas de la superficie de rotura donde se observa una predominancia de hoyuelos que denotan que la rotura ha sido dúctil.



**Figura 72: Vista general de fractografía de ti HDH ensayado a 200 °C.**



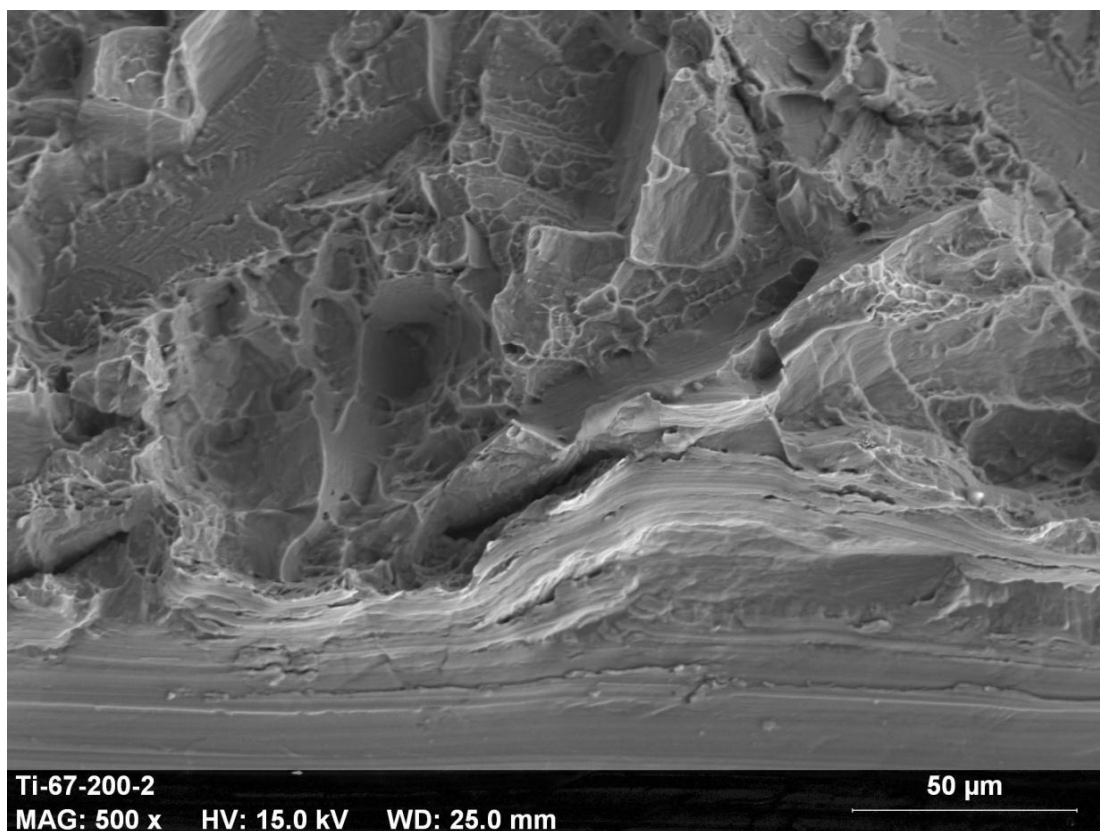


Figura 73: Detalle de fractografía de Ti-6-7 ensayado a 200 °C.

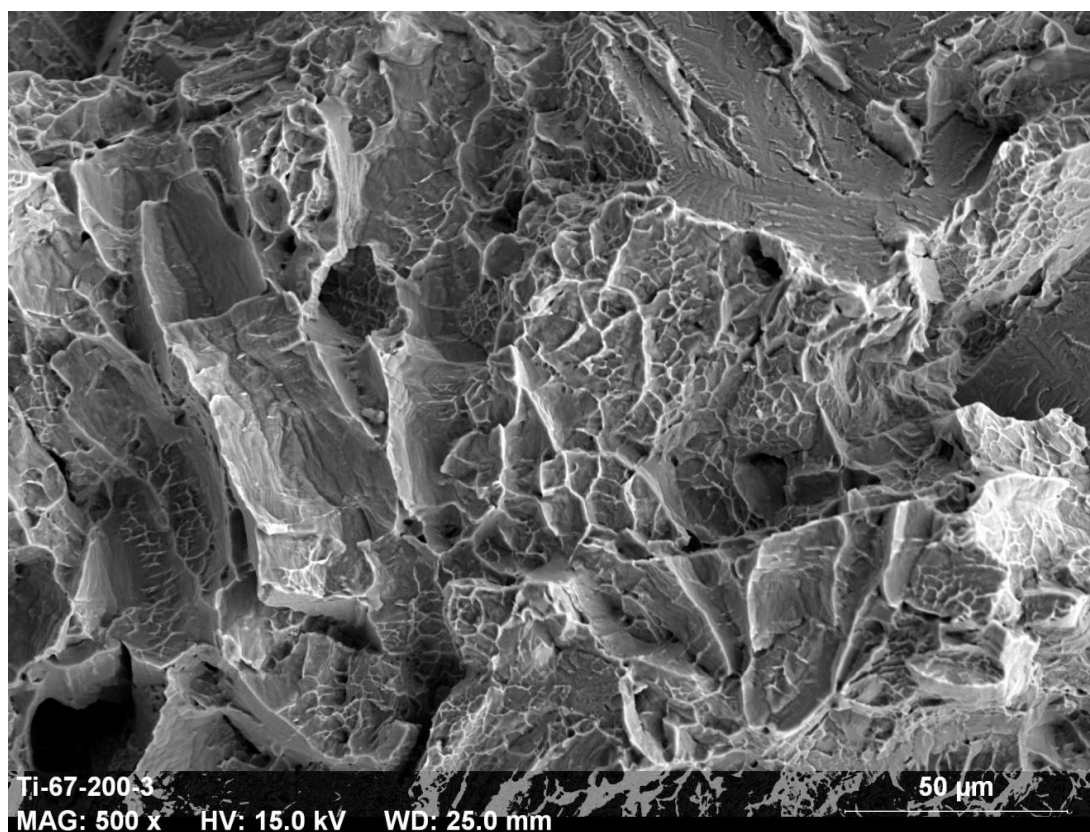


Figura 74: Detalle de superficie de fractura de Ti-6-7 ensayado a 200 °C.

- **Fractografía a 400 °C**

La Figura 75 muestra una visión general de la fractografía del Ti-6-7 ensayado a 400 °C. En ella se aprecia el cambio de morfología del perfil de la probeta después de ser ensayada: las aristas del perfil ya no son rectilíneas sino que se han deformado.

Las Figura 76 y Figura 77 muestran la superficie de fractura a mayor aumento y en ellas se observan los hoyuelos característicos de la rotura dúctil. Cabe destacar que los hoyuelos que forma este material al romper son bastante más pequeños de los que formó el Ti-3-2,5 ensayado a la misma temperatura, este puede deberse a que las colonias de fase alfa y beta en este material son más pequeñas también.

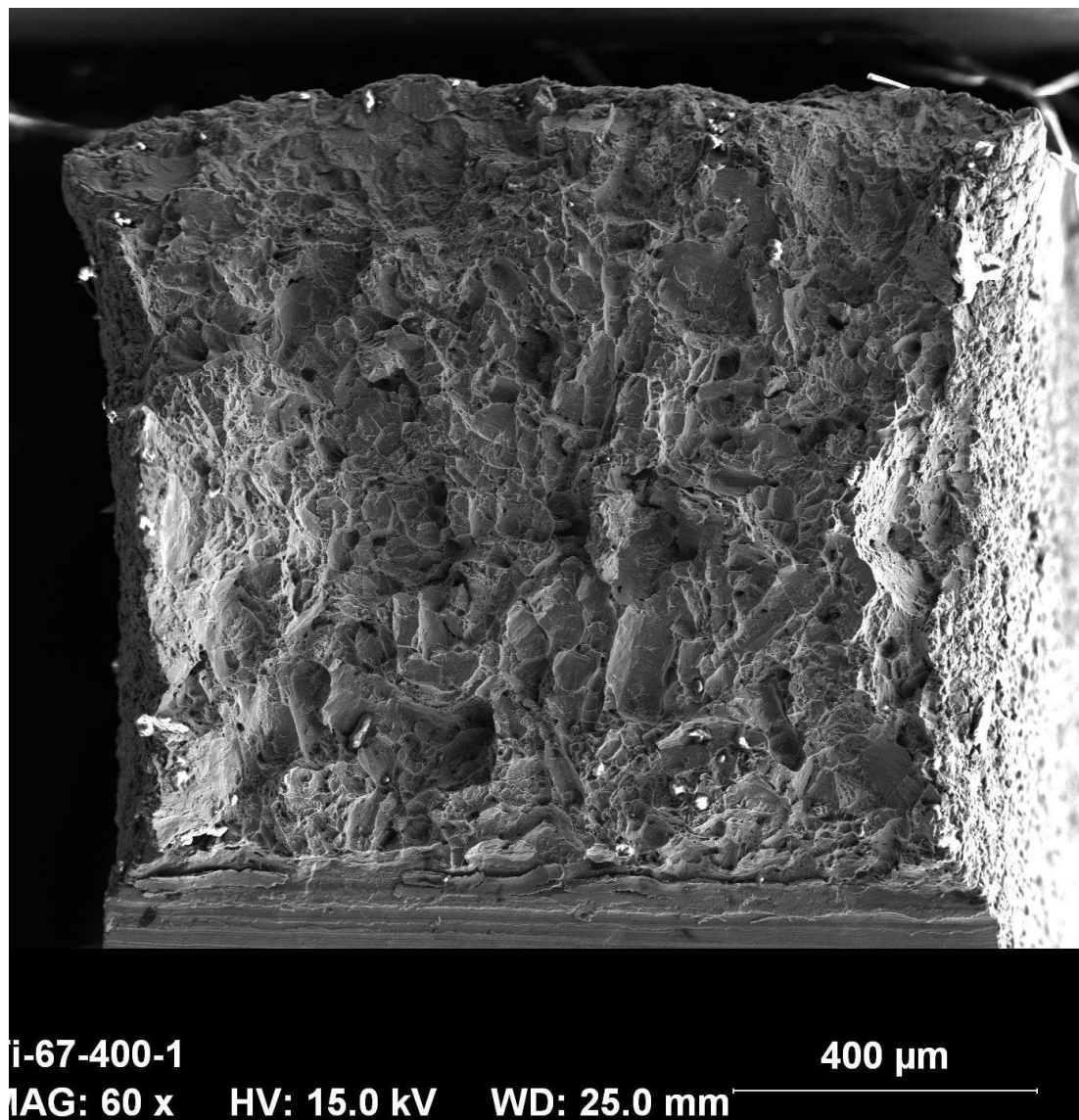


Figura 75: Vista general de la superficie de fractura de Ti-6-7 ensayado a 400 °C.

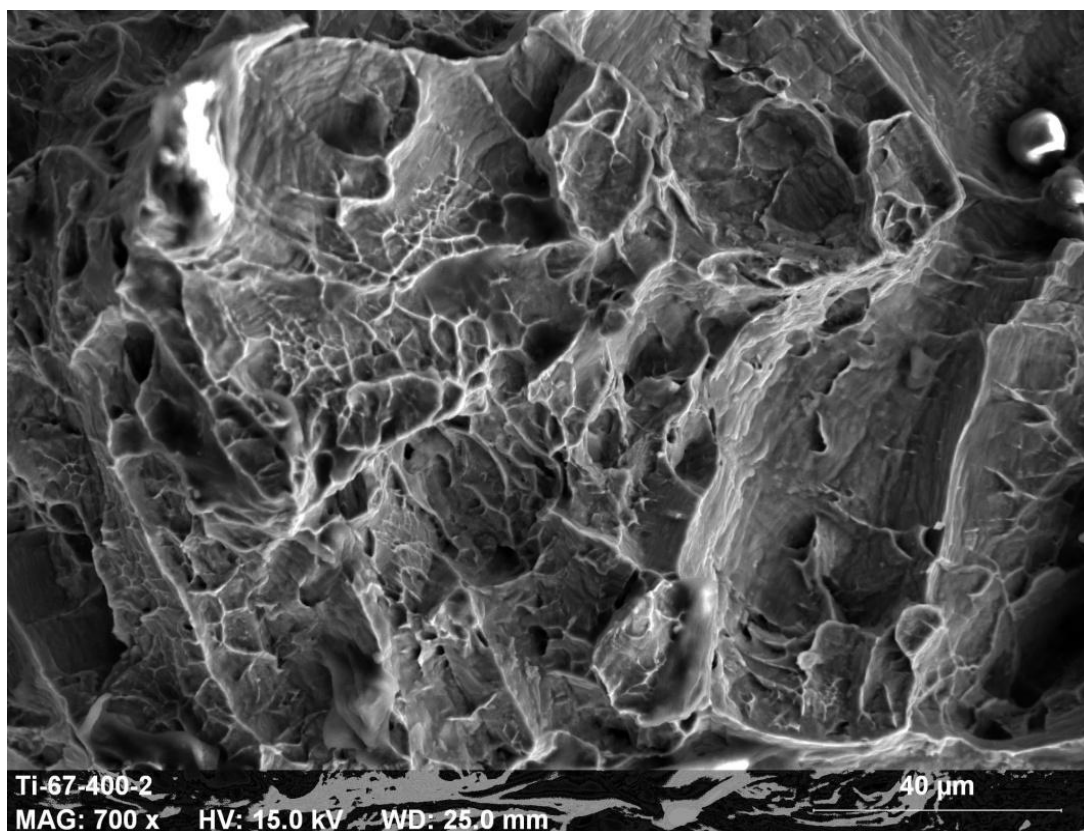


Figura 76: Detalle de la fractografía de Ti-6-7 ensayado a 400 °C.

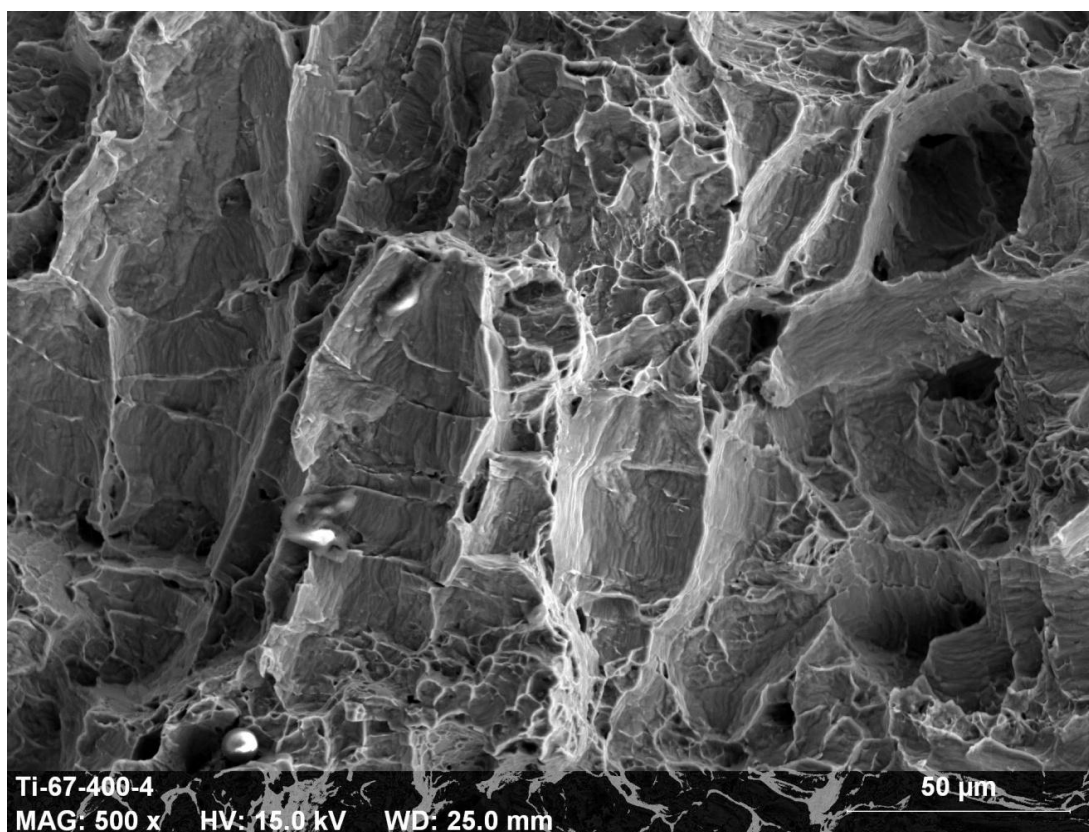


Figura 77: Superficie de fractura de Ti-6-7 ensayado a 400 °C a 500 aumentos.



# CAPÍTULO 5

## Conclusiones

En este capítulo se resumen las conclusiones más importantes del presente estudio:

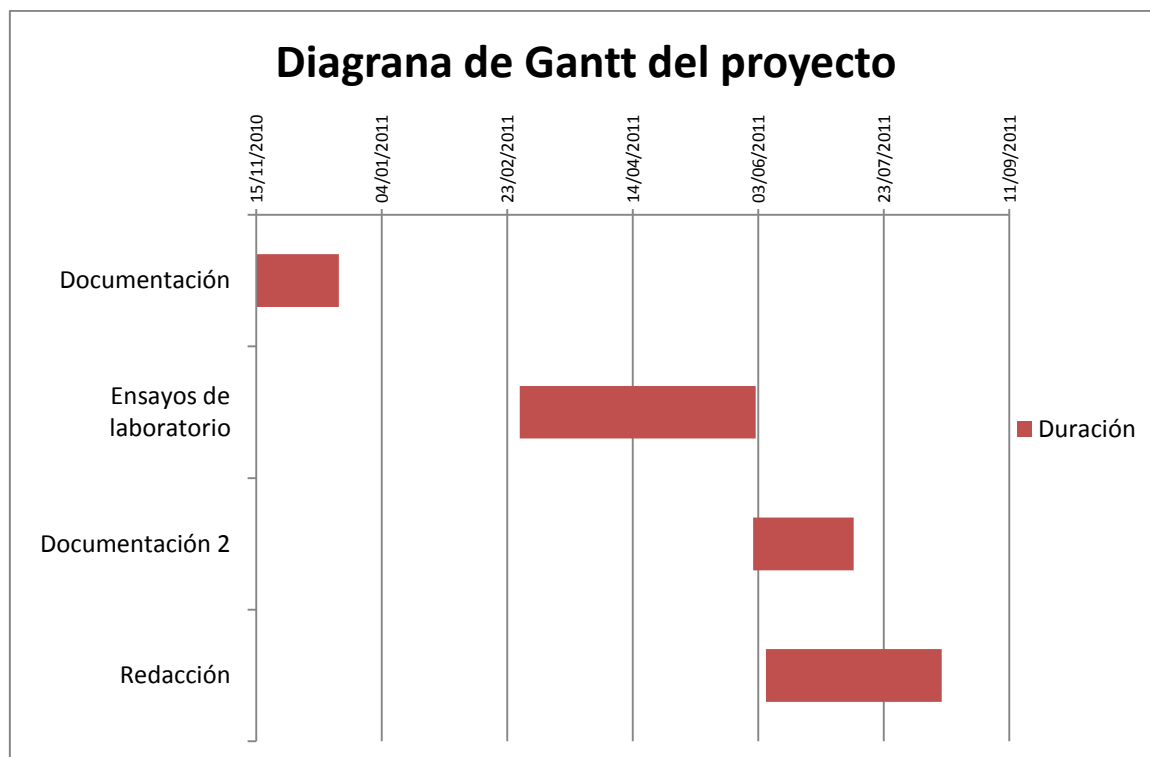
- Los materiales Ti-3Al-2,5V y Ti-6Al-7Nb presentan mayor dureza que el Ti HDH cuando se les ha sometido a las mismas condiciones de procesamiento.
- El titanio comercialmente puro tiene un módulo de elasticidad (E) menor que los materiales a estudio en todo el intervalo de temperaturas. Además, al aumentar la temperatura de ensayo el titanio comercialmente puro sufre una disminución de módulo de elasticidad mayor que el Ti-3Al-2,5V y Ti-6-7.
- La velocidad de ensayo tiene una relación con la resistencia a flexión en los materiales a estudio, a temperaturas de ensayo iguales o inferiores a 200 °C. Hasta esa temperatura, si se aumenta la velocidad de ensayo el material tendrá una resistencia mayor. A temperaturas de ensayo de 400 °C la velocidad de ensayo no tiene relación directa con la resistencia a flexión de los materiales.
- La tensión al 0,2% del Ti-6Al-7Nb es la más alta en todas las temperaturas ensayadas, lo que invita a pensar que al alear niobio en una muestra de titanio se aumenta su resistencia a flexión.
- Los tres materiales estudiados no presentan un comportamiento uniforme a tenacidad a fractura en función de la temperatura, sin embargo, el titanio de referencia es el de menor tenacidad a todas las temperaturas.
- El estudio fractográfico corrobora los resultados de los ensayos mecánicos, mostrando mecanismos de fractura dúctiles al aumentar la temperatura de ensayo, y grandes deformaciones.



# CAPÍTULO 6

## Presupuesto

A continuación se presenta el diagrama de Gantt (Figura 78) del desarrollo del proyecto donde se detallan cuatro diferentes actividades: documentación, Ensayos de laboratorio, documentación 2 y redacción. En la documentación se llevó a cabo una primera toma de contacto con la temática, las técnicas y los materiales del proyecto. Durante los ensayos de laboratorio se realizó toda la parte experimental del proyecto. La parte documentación 2 representa la segunda documentación donde se profundizó en el conocimiento de las técnicas, se avanzó en el análisis de los métodos de ensayo y se realizó una búsqueda de artículos de otros autores en la misma materia y/o mismos materiales. La tarea de redacción engloba las labores de creación de este documento.



**Figura 78: Diagrama de Gantt del desarrollo del proyecto.**

A continuación se muestra una tabla donde se detallan las tareas realizadas para la conclusión de este proyecto así como su coste (36):

**Tabla 12: Desglose del presupuesto del proyecto.**

Actividad	Persona	Unidades	Coste unitario	Coste total (€)
Documentación 1	Jesús Sánchez	200 horas	20,53 €/hora	4106
Ensayos flexión en tres puntos a temperatura ambiente	Jesús Sánchez	3 horas	100 €/hora	300
Ensayos de flexión en tres puntos a temperatura ambiente	Máquina de ensayos universal INSTRON 3369	6 ensayos	300 €/ensayo	1800
Ensayos de flexión en tres puntos a altas temperaturas	Jesús Sánchez	18 horas	20,53 €/hora	369,54
Ensayos de flexión en tres puntos a altas temperaturas	Máquina de ensayos universal INSTRON 3369 y horno MTS 653	12 ensayos	300 €/ensayo	3600
Mecanizado de entallas	Jesús Sánchez	24 horas	20,53 €/hora	492,72



Mecanizado de entallas	Máquina de entallas	18 entallas	47,12 €/entalla	848,16
Ensayo de tenacidad a fractura a temperatura ambiente	Máquina de ensayos universal INSTRON 3369	6 ensayos	100 €/ensayo	600
Ensayo tenacidad a fractura a temperatura ambiente	Jesús Sánchez	3 horas	20,53 €/hora	61,59
Ensayo de tenacidad a fractura a altas temperaturas	Máquina de ensayos universal INSTRON 3369 y horno MTS 653	12 ensayos	300 €/ensayo	3600
Ensayo de tenacidad a fractura a altas temperaturas	Jesús Sánchez	18 horas	20,53 €/hora	369,54
Preparación de probetas para ensayo de dureza (embutición, curado, desbastado y pulido)	Jesús Sánchez	5 horas	20,53 €/hora	102,65
Ensayo de dureza	Durómetro LECO V-100-C	3 muestras	67,05 €/muestra	201,15
Ensayo de dureza	Jesús Sánchez	1 hora	20,53 €/hora	20,53
Estudio fractográfico	Microscopio electrónico de barrido	9 muestras	131,73 €/muestra	1185,57
Estudio fractográfico	Jesús Sánchez	2 horas	32,68€/hora	65,36
Estudio fractográfico	Jesús Sánchez	2 horas	20,53 €/hora	41,06
Estudio micrográfico	Microscopio óptico	2 muestras	164,29 €/muestra	328,58
Estudio micrográfico	Jesús Sánchez	3 horas	20,53 €/hora	61,59
Documentación 2	Jesús Sánchez	200 horas	20,53 €/hora	4106
Redacción	Jesús Sánchez	350 horas	20,53 €/hora	7185,5
Supervisión	Elena Gordo	50	32,68€/hora	1634
Supervisión	José Y. Pastor	100	32,68€/hora	3268
<b>COSTE TOTAL</b>				<b>34.347,54 €</b>

“El presupuesto total de este proyecto asciende a la cantidad de 34.347,54 euros.

Leganés a 19 de Agosto de 2011

El ingeniero proyectista

Fdo. Jesús Sánchez Sánchez

# Referencias

1. *Supra Alloys*. [Online] <http://www.supraalloys.com/history.php>.
2. **Oleg D. Neikov, Stanislav S. Naboychenko, Irina V. Murashova, Victor G. Gopienko, Irina V. Frishberg and Dina V. Lotsko**. Handbook of Non-Ferrous Metal Powders. *Capítulo 14: Production of Titanium and titanium alloy powders*. 2008.
3. **Brian E. Hurless, F.H. (Sam) Froes**. Lowering the cost of Titanium. sl : The AMPTIAC Quarterly, Vol. 6.
4. **Ward-Close, M.** Conference Reports and World Titanium View. sl : The 11th World Conference on Titanium (TMS2007). QinetiQ, 2007.
5. titanium.org. [Online] [Citaat van: 19 julio 2011.] <http://www.titanium.org/>.
6. [en línea] RMI TITANIUM GUIDE. *TITANIUM ALLOY GUIDE*.
7. RMITitanium. [Online] [Citaat van: 23 marzo 2011.] <http://rtiintl.com/>.
8. **Murray, Joanne L.** Phase Diagrams of Binary Titanium Alloys. Ohio : ASM International, 1987.
9. **S. Lampman, ASM INTERNATIONAL**. ASM Handbook. *Volume 2: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*. 1993.
10. **R. Boyer, G. Welsch, E. W. Collings**. *Materials properties Handbook: titanium alloys*. sl : ASM International, 1998.
11. **E. J. Wall, R. Sullivan, J. Carpenter**. Progress Report for Automotive Lightweighting Materials. Washington : U.S.Department of Energy, 2007.
12. **N. Poondla, T.S. Srivatsan, A. Patnaik, M. Petraroli**. A study of the microstructure and hardness of two titanium alloys: Commercially pure and Ti-6Al-4V. Ohio, USA : sn, 2009.
13. **R. Filip, K. Kubiak, W. Ziaja, J. Sieniawski**. The effect of microstructure on the mechanical properties of two-phase titanium alloys. Rzeszów. Poland : Department of Materials Science, Rzeszów University of Technology, ul. W. Pola 2, 2002.
14. **Wei Qian Song, Shoujin Sun, Suming Zhu, Gui Wang, James Wang, Matthew S. Dargusch**. Comprssive Defromation Behaviour of A Near-Beta Titanium Alloy. sl : Materials and Design, 2011.
15. **Mari Koike, Kelly Martinez, Lilly Guo, Gilbert Chahine, Radovan Kovacevic, Toru Okabe**. Evaluation of titanium alloy fabricated using electron beam melting system for dental applications. 2011, Vol. Journal of Materials Processing Technology (1400-1408).
16. **Niinomi, Mitsuo**. Mechanical biocompatibilities of titanium alloys for biomedical applications. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials I*. 2008, pp. 30-42.
17. **Niinomi, Mitsuo**. Mechanical properties of biomedical titanium alloys. *Material Science and Engineering A243*. pp. 231-236.
18. **Edward Chlebus, Bogumiła Kuźnicka, Tomasz Kurzynowski, Bogdan Dybala**. Microstructure and mechanical behaviour of Ti—6Al—7Nb alloy produced by selective laser melting. *Materials Characterization 62*. 2011, pp. 488-495.
19. **Viritpon Srimaneepong, Takayuki Yoneyama, Equo Kobayashi, Hisashi Doi, Takao Hanawa**. Comparative study on torsional strength, ductility and fracture characteristics of laser-welded alpha+beta Ti-6Al-7Nb alloy, CP titanium and Co-Cr

- alloy dental castings. Bangkok, Tokyo, Hyogo, Tokyo : sn, 2008, Vol. dental materials 24.
20. **Takahiro Fujita, Atsushi Ogawa, Chiaki Ouchi, Hidenori Tajima.** Microstructure and properties of titanium alloy produced in the newly developed blended elemental powder metallurgy process. *Materials Science and Engineering A213*. 1996, pp. 148-153.
  21. **Yaomin Lin, Mool C. Gupta, Robert E. Taylor, Charles Lei, William Stone, Tom Spidel, Michael Yu, Reanne Williams.** Nanosecond pulsed laser micromachining for experimental fatigue life study of Ti-3Al-2.5V tubes. *Optics and Lasers in Engineering* 47. 2009, pp. 118-122.
  22. **Aniruddha Kumar, Mool C. Gupta.** Surface preparation of Ti-3Al-2.5V alloy tubes for welding using a fiber laser.
  23. **M. Metikos-Hukovic, A. Kwokal, J. Piljac.** The influence of niobium and vanadium on passivity of titanium-based implants in physiological solution. *Biomaterials* 24. Zagreb : sn, 2003, pp. 3765-3775.
  24. **D. E. MacDonald, B. E. Rapuano, N. Deo, M. Stranick, P. Somasundaran, A. L. Boskey.** Thermal and chemical modification of titanium-aluminum-vanadium implant materials: effects on surface properties, glycoprotein adsorption, and MG63 cell attachment. *Biomaterials* 25. 2004, pp. 3135-3146.
  25. **D. Iijima, T. Yoneyama, H. Doi, H. Hamanaka, N. Kurosaki.** Wear properties of Ti and Ti-6Al-7Nb castings for dental prostheses. *Biomaterials* 24 . 2003, pp. 1519-1524.
  26. MPIF Standard 10, Tension Tests Specimens for Pressed and Sintered Metal Powders: Metal Powder Industries Federation. 1963.
  27. **Bolzoni, L.** Diseño y procesamiento de Aleaciones de Titanio mediante Técnicas Pulvimetalúrgicas Avanzadas. sl : Universidad Carlos III de Madrid.
  28. **Ortiz, L.** *Resistencia de materiales*. sl : Ed. McGraw-Hill, 1991.
  29. **Gstrein, R.J. Primas and R.** Fracture Toughness of Ceramics using the SEVNB Method: From a Preliminary Study to a Standard Test Method. sl : Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 1997, Vol. 4, 20, pp. 513-532. Best Fracture Paper of 1997.
  30. **Kubler, J.** Fracture toughness of ceramics using the SEVNB method; preliminary results. *Ceramic Engineering and Science Proceedings*. 1997, Vol. 4, 18, pp. 155-162.
  31. **G. V. Guinea, J. Y. Pastor, J. Planas, M. Elices.** Stress Intensity factor, compliance and CMOD for a general Three-Point-Bend Beam". sl : International Journal of Fracture, 1998, Vol. 89.
  32. **Bill Taylor, Elisabeth Weidmann.** Metallographic preparation of titanium. [bookaut.] Struers Ltd.
  33. conversor de durezas. [Online] 10 10 2011. [http://www.kansert.es/conv\\_dur.htm](http://www.kansert.es/conv_dur.htm).
  34. Grindosonic. [Online] 15 9 2011. [www.grindosonic.com/en/technology/index.htm](http://www.grindosonic.com/en/technology/index.htm).
  35. [Online] 15 9 2011. [http://www.engineeringtoolbox.com/young-modulus-d\\_773.html](http://www.engineeringtoolbox.com/young-modulus-d_773.html).
  36. Boletín Oficial del Estado. [bookaut.] Ministerio de Fomento. *Sección III*. Lunes 23 de noviembre de 2009, pp. 99207-99224.
  37. [www.optingolfer.com](http://www.optingolfer.com). [Online] 20 julio 2011.  
<http://www.optingolfer.com/web/demo/WarriorDemoTitaniumDrivers/titanium-golf-driver-9-degree.php>.